

THALES

Thèse en vue de l'obtention du diplôme de

Docteur de l'Ecole Polytechnique

Spécialité : Physique

par

Julien Kermorvant

Dissipation hyperfréquence dans les supraconducteurs à haute température critique

Jury de thèse composé de :

Annick Degardin Rapporteur

Pierre Bernstein Rapporteur

Jean-Claude Villégier Examineur

Peter Kes Examineur

Jean-Claude Mage Directeur

Kees van der Beek Directeur

Remerciements

Un, deux voir trois aller et retour par jour entre l'Unité Mixte de Recherche en physique CNRS/THALES et le Laboratoire des Solides Irradiés de l'Ecole Polytechnique. Il faut retoucher une pièce du cryostat en construction à THALES : les personnes de l'atelier du LSI nous font la retouche en une demi-heure avec une explication sur la façon d'usiner le cuivre. C'est maintenant un amplificateur hyperfréquence qui manque sur le cryostat magnéto-optique au LSI : J'emprunte celui de l'UMR. Trois ans d'échanges et de rencontres avec des personnes de toutes spécialités : Physique fondamentale, techniques expérimentales, hyperfréquences, applications, mécanique de précision... Deux voyages au Japon, deux voyages au États Unis un aux Pays Bas et plusieurs en France, en bref, tout ce dont un thésard à besoin pour aimer son travail, construire ses manips, faire ses mesures et les exploiter. Dresser une liste exhaustive de toutes les personnes à remercier et c'est courir le risque d'en oublier. J'adresse donc mes plus sincères remerciements aux personnes rencontrées au cours de ces trois ans. Il y a cependant trois personnes à qui je dois énormément : Bruno Marcilhac, Jean Claude Mage de l'UMR CRNS/THALES et Kees van der Beek du LSI mes trois encadrant de thèse. Évidemment ils ont toujours été disponibles et prêt à répondre aux questions de leur étudiant mais c'est en réalité bien plus qu'ils m'ont apporté. Cela ne regarde finalement que nous et en quelques mots je souhaite simplement à tout futur thésard d'avoir le même encadrement que le mien pour faire sa thèse. Un dernier mot pour mes amis et ma famille, je vous aime.

Introduction

Le phénomène de la supraconductivité fut découvert en 1911 par le physicien Heike Kamerling Onnes et son élève Gilles Host de l'Université de Leyde aux Pays Bas [1, 2]. Onnes venait de remporter au matin du 10 Juillet 1908 la course à la liquéfaction de l'hélium. Atteignant alors la plus basse température connue : 4,2 K, ils entreprirent d'étudier la résistivité des métaux à très basse température. Afin de s'affranchir d'éventuelles impuretés dans leurs échantillons, Onnes proposa de mesurer la résistivité d'un barreau de mercure : celle-ci s'annulait en-dessous de 4,15 K. Les expériences furent répétées et confirmèrent que la résistivité n'était ni faible ni très faible mais totalement nulle. Le physicien Hollandais découvrit l'année suivante que l'étain et le plomb (qui est un mauvais conducteur à température ambiante), perdaient leur résistance respectivement à 3,7 K et 6 K.

En 1933, W. Meissner et R. Ochsenfeld [3] découvrirent qu'un matériau supraconducteur était totalement imperméable aux champs magnétiques : le diamagnétisme parfait. Ce phénomène se traduit par la capacité du supraconducteur à émettre un champ magnétique opposé au champ qui lui est appliqué. Les chercheurs se mirent alors à expérimenter différents alliages à base de titane, de strontium, de germanium et surtout de niobium, l'alliage Nb₃Ge présentant une température de transition vers l'état supraconducteur (température critique) de 23 K.

En 1934, Gorter et Casimir [4] étudièrent les propriétés thermiques des supraconducteurs et aboutirent à la dépendance en température de la concentration en porteurs supraconducteurs. La même année, les frères London modélisent leurs propriétés électromagnétiques et introduisent la notion de profondeur de pénétration du champ électromagnétique dans ces matériaux. Ces théories amènent à la notion de conductivité complexe, qui est aujourd'hui encore un fondement pour l'étude des propriétés micro-ondes. En 1957, J. Bardeen, L.N Cooper et J.R Schrieffer [5] proposèrent une théorie qui stipule qu'à basse température les électrons se déplacent par paire, appelées paires de Cooper sous l'action d'un potentiel attractif dû aux modes de vibration du réseau cristallin (les phonons). Cette théorie a permis de faire progresser la recherche de matériaux supraconducteurs à haute température. Cependant, tout les alliages testés ne dépassent pas une température supérieure à 23 K ; la théorie BCS semblait alors avoir trouvé ses limites.

Parallèlement à ces recherches, B. Josephson [6] prédit en 1962 les effets quantiques qui portent son nom. Un courant électrique non nul peut circuler d'un bloc supraconducteur à un autre bloc supraconducteur séparé du premier par une mince couche isolante, en l'absence même d'une différence de potentiel entre ces deux blocs.

La théorie BCS fut remise en cause en 1986, par la découverte de deux ingénieurs d'IBM Zurich en Suisse d'un supraconducteur à 34 K puis neuf mois plus tard à 92 K [7]. L'annonce de cette découverte fut l'effet d'une bombe dans la communauté scientifique. La présentation de cette découverte lors d'un congrès aux États-Unis (baptisé depuis le "Woodstock de la physique") a rassemblé plus de quatre mille personnes. Partout dans le monde les physiciens se mettent à faire "cuire les

céramiques”. Ainsi, virent le jour de nouvelles générations de composés tels que $Ba - La - Cu - O$, $Y - Ba - Cu - O$ et $Ti - Sr - Ca - Cu - O$, les deux derniers permettant de dépasser la température de l’azote liquide (77 K) [8]. Le record de température critique reproductible fut atteint en 1995 avec une température de 164 K, mais nécessitant de hautes pressions. L’utilisation des supraconducteurs à des fins applicatives a été facilitée par l’augmentation progressive des températures critiques. Les premières réalisations ont vu le jour avec des composés métalliques dès le début des années 1970, utilisant principalement l’effet Josephson. C’est en particulier le cas des magnétomètres, des étalons de tension, des mélangeurs de fréquence en bande sub-millimétrique à base de SQUID. De part leur résistance nulle, les supraconducteurs ont aussi permis la génération de champ magnétique de très forte intensité, très utilisés dans le domaine médical pour l’imagerie du vivant mais aussi dans les accélérateurs de particules. Les supraconducteurs à haute température critique (SHTC) sont utilisés dans les domaines où la mise en forme n’est pas trop complexe. C’est en particulier le cas pour les dispositifs passifs en hyperfréquence, où les supraconducteurs peuvent être déposés en films minces [9]. Les faibles pertes et le peu de dispersivité de ces matériaux permettent la conception de filtres très sélectifs, de coupleurs et de nombreux autres dispositifs de traitement du signal. La contrainte liée à l’intégration de ce type de systèmes basés sur des SHTC est leur capacité à supporter des puissances micro-ondes élevées. Dans ce régime, d’importantes pertes apparaissent, dégradant très fortement les performances des systèmes. Les recherches actuelles dans ce domaine ont pour but d’établir l’origine de ces phénomènes de dissipation et l’influence des caractéristiques du matériau employé afin d’en élargir la plage d’utilisation.

Table des matières

1	Supraconductivité en régimes continus et hyperfréquence	6
1.1	Généralités sur les supraconducteurs	6
1.1.1	Principales caractéristiques remarquables des supraconducteurs	6
1.1.2	Théorie microscopique de la supraconductivité	7
1.1.3	Théories phénoménologiques de la supraconductivité	8
1.1.4	Réseau de vortex	17
1.1.5	Dynamique des vortex	19
1.1.6	Piégeage de vortex et ligne d'irréversibilité	19
1.2	Objectif du travail présenté	22
2	Mesure de l'impédance de surface par la méthode du résonateur diélectrique	23
2.1	Méthode du résonateur diélectrique	23
2.1.1	Principe	23
2.1.2	Fréquence de résonance d'une cavité	23
2.1.3	Cas du résonateur diélectrique	26
2.1.4	Extraction du facteur de qualité par la mesure des paramètres S	27
2.2	Choix du diélectrique	31
2.3	Protocole expérimental	32
2.3.1	Mesures en mode transmission	32
2.3.2	Mesures en mode réflexion	36
2.4	Conclusions	40
3	Résistance de surface des films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	41
3.1	Introduction	41
3.2	Dépôt et caractérisation des films minces supraconducteurs	42
3.2.1	Structure cristalline du composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	42
3.2.2	Techniques de dépôt	43
3.2.3	Etat de surface	44
3.2.4	Température critique	44
3.2.5	Densité de courant critique	45
3.3	Résultats expérimentaux	46
3.3.1	Propriétés physiques du résonateur diélectrique	46
3.3.2	Influence de la puissance micro-onde sur la résistance de surface des films supraconducteurs	48
3.3.3	Influence de la température, en régime basse puissance, sur la résistance de surface des films supraconducteurs	50
3.4	Phénomène d'échauffement micro-onde	52
3.4.1	Calcul de l'élévation en température des films supraconducteurs	52
3.4.2	Confirmation du phénomène d'échauffement	52

3.5	Conclusion	57
4	Résonateurs supraconducteurs	59
4.1	Introduction	59
4.2	La technologie planaire	59
4.3	Généralités sur les lignes de transmission	61
4.3.1	Cas d'une ligne sans pertes	62
4.3.2	Cas d'une ligne avec pertes	63
4.4	Réalisation du résonateur supraconducteur	66
4.5	Méthode de mesure	68
4.6	Caractéristiques du résonateur supraconducteur	68
4.6.1	Influence de la température	68
4.6.2	Influence de la puissance micro-onde	69
4.6.3	Discussion	71
4.7	Caractéristique du résonateur supraconducteur modifié	73
4.7.1	Influence de la temperature	73
4.7.2	Influence de la puissance micro-onde	73
4.7.3	comparaison des deux versions du résonateur 1 GHz	74
4.8	Mise en évidence du phénomène d'échauffement dans les résonateurs en régime forte puissance	76
4.8.1	Méthode de mesure	76
4.8.2	Résultats	77
4.9	Conclusions	79
5	Imagerie magnéto-optique	80
5.1	Introduction	80
5.2	L'effet Faraday	80
5.3	Indicateurs magnéto-optiques	83
5.3.1	Généralités	83
5.3.2	Le grenat Bi(Lu,Y)IG	83
5.4	Principe de l'imagerie magnéto-optique	85
5.5	Dispositif expérimental	87
5.5.1	Cryostat	87
5.5.2	Refroidissement et régulation de la température	88
5.5.3	Microscope optique et acquisition d'images	89
5.6	Imagerie magnéto-optique en champ magnétique statique	91
5.6.1	Visualisation de la pénétration du flux magnétique	91
5.6.2	Imagerie magnéto-optique pour le contrôle de la qualité des échantillons	96
5.7	Magnéto-optique hyperfréquence	102
5.8	Conclusions	108
6	Conclusions générales et perspectives	110

Chapitre 1

Supraconductivité en régimes continus et hyperfréquence

1.1 Généralités sur les supraconducteurs

1.1.1 Principales caractéristiques remarquables des supraconducteurs

La première propriété remarquable des supraconducteurs est leur capacité à porter le courant électrique sans pertes, lorsque ils sont refroidis en-dessous d'une température dite critique : T_c (Figure 1.1). La circulation d'un courant persistant dans un anneau de matériau supraconducteur est une illustration de la cohérence de phase dans l'état supraconducteur [1, 2]. Cette propriété n'existe que pour des intensités de courant inférieures à une intensité critique, notée I_c . Si la température ou le courant dépassent leurs valeurs critiques, la supraconductivité est détruite et le matériau revient dans son état normal.

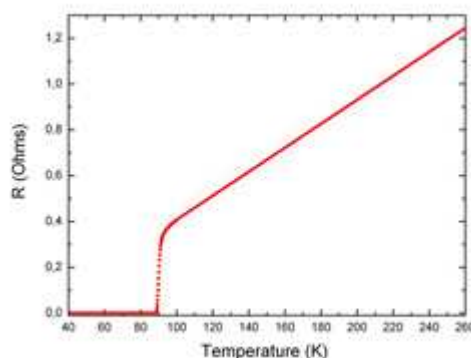


FIGURE 1.1 – Illustration de la chute à zéro de la résistance électrique d'un supraconducteur en-dessous de sa température critique. Cette mesure a été réalisée par la méthode dite des quatre contacts sur un film mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

La seconde propriété remarquable des supraconducteurs est l'effet Meissner-Ochsenfeld [3]. Il correspond à l'expulsion totale du flux magnétique hors du volume de l'échantillon supraconducteur auquel on applique un champ magnétique (Figure 1.2). Il existe deux types de matériaux supraconducteurs. Pour des supraconducteurs de type 1, cet effet ne se manifeste que pour des champs H inférieurs à un

champ critique, noté H_c , le champ critique thermodynamique. Pour des valeurs de champ appliqué supérieures à H_c la supraconductivité disparaît. Dans des supraconducteurs de type 2, l'effet Meissner est observé jusqu'au premier champ critique H_{C1} , des lignes de flux magnétique quantifié, ou vortex, traversent le matériau dans la direction du champ magnétique appliqué. L'état normal est retrouvé au deuxième champ critique H_{C2} .

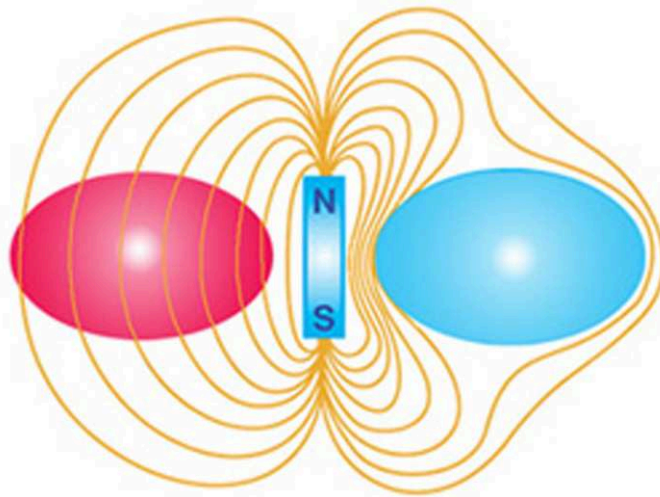


FIGURE 1.2 – Illustration de l'effet Meissner. Dans son état normal, à gauche, le matériau laisse passer le champ magnétique auquel il est soumis alors que dans l'état supraconducteur, à droite, il l'expulse totalement de son volume.

1.1.2 Théorie microscopique de la supraconductivité

La supraconductivité conventionnelle est décrite, à l'échelle microscopique, par la théorie de Bardeen, Cooper et Schrieffer (théorie BCS) [5]. Cette théorie repose sur le modèle du liquide de Fermi où les électrons sont en interaction en présence d'un potentiel attractif. L'interaction entre les électrons et les modes de vibration du réseau cristallin (phonons) est susceptible d'engendrer un tel potentiel. Un premier électron polarise le milieu en attirant les ions positifs environnants, cet excès local de charge attire à son tour un second électron. Si cette interaction est suffisamment forte pour surpasser l'interaction répulsive Coulombienne, il en résulte une attraction effective entre ces deux électrons, qui forment alors une paire, dite de Cooper, on a donc $e^* = 2e$. Cette entité constitue un état singulet de spin, c'est à dire deux particules de charges égales avec des moments de spin égaux mais opposés. Une paire de Cooper est assimilable à un boson, la supraconductivité s'apparente à une condensation de Bose-Einstein de paires de Cooper dans un seul niveau d'énergie. Dans l'état supraconducteur, les électrons sont décrits par une fonction d'onde macroscopique :

$$\Psi = \sqrt{n_s} e^{i\phi} \quad (1.1)$$

L'état supraconducteur peut passer à l'état normal, soit en brisant les paires de Cooper, (la densité superfluide, tend vers zéro), soit par la présence d'hétérogénéités spatiales qui entraînent une perte de la cohérence de phase des paires de Cooper. La formation des paires fait apparaître un gap d'énergie au voisinage du niveau de

Fermi à $T < T_C$.

Dans la théorie BCS, la température critique T_C , comme le gap supraconducteur Δ_s , dépendent de façon exponentielle de la densité d'état au voisinage du niveau de Fermi et du potentiel attractif V . Ceci conduit à un rapport constant entre Δ_s et T_C pour les supraconducteurs conventionnels :

$$\frac{2\Delta_s(0)}{k_B T_C} \simeq 3.53. \quad (1.2)$$

1.1.3 Théories phénoménologiques de la supraconductivité

1.1.3.1 Théorie de London : longueur de pénétration

Lorsque qu'un champ magnétique extérieur H est appliqué à un matériau supraconducteur, préalablement refroidi sans champ, (ZFC : zero field cooled), et sous la condition que H demeure inférieur au champ critique thermodynamique dans les supraconducteurs de type 1 ou inférieur au premier champ critique dans les supraconducteurs de type 2, les courants d'écrantage génèrent un champ opposé à H ($\chi = -1$). Cela traduit le caractère diamagnétique parfait caractérisé par une expulsion totale de l'induction magnétique. Ce phénomène est appelé effet Meissner-Ochsenfeld [3] et peut être décrit par la théorie des frères London [10]. Selon cette théorie, La force agissant sur un électron supraconducteur sous l'action d'un champ électrique est donnée par

$$m^* \frac{d\vec{v}_s}{dt} = -e^* \vec{E} \quad (1.3)$$

avec m^* la masse, \vec{v}_s la vitesse, e^* la charge des porteurs supraconducteurs et \vec{E} le champ électrique appliqué. Le courant électrique dans un supraconducteur est porté par une combinaison de quasiparticules, de densité n_{qp} et d'électrons supraconducteurs (circulant sans pertes) de densité n_s . En se basant sur ce principe, la densité de courant totale se divise en un terme de densité de courant de quasiparticules \vec{J}_{qp} et un terme de densité de super-courant \vec{J}_s , soit le courant total $\vec{J}_{tot} = \vec{J}_{qp} + \vec{J}_s$. Le rapport entre la densité de quasiparticules et la densité des électrons supraconducteurs dépend de la température. La concentration d'électrons supraconducteurs décroît avec la température pour chuter à zéro à la température de transition. Le modèle à deux fluides de Gorter et Casimir [4] s'avère très utile pour formuler les idées et les concepts de base menant à l'expression de la conductivité complexe des supraconducteurs en régime hyperfréquence.

Les quasiparticules subissent une force supplémentaire due à leur diffusion au sein du réseau cristallin,

$$m \frac{d\vec{v}_{qp}}{dt} + m \frac{\vec{v}_n}{\tau_{qp}} = -e \vec{E}, \quad (1.4)$$

où τ_{qp} est le temps de relaxation des quasiparticules dans le réseau cristallin.

La densité de courant due aux électrons supraconducteurs peut être écrite comme

$$\vec{J}_s = -n_s e \vec{v}_s, \quad (1.5)$$

alors que la densité de courant due aux quasiparticules est

$$\vec{J}_{qp} = -n_n e v_{qp}. \quad (1.6)$$

Nous allons maintenant examiner deux cas particuliers. Dans le premier, nous supposons que la densité des quasiparticules est très faible vis à vis de la densité d'électrons supraconducteurs. Cela est le cas dans le régime des basses températures. C'est aussi une approximation dans le cas d'une analyse basse fréquence.

La substitution de (1.5) dans (1.3) donne la première équation de London [10] :

$$\vec{E} = \Lambda \partial_t \vec{J}_s, \quad (1.7)$$

où Λ , la constante de London est définie par :

$$\Lambda = \frac{m^*}{n_s e^2}. \quad (1.8)$$

La seconde équation de London [10] s'obtient en prenant le rotationnel de (1.5) et en y substituant, d'après la loi de Faraday, $\vec{\nabla} \times \vec{E}$ par $-\partial_t \vec{B}$. Après intégration par rapport au temps on obtient

$$\vec{B} = -\Lambda \vec{\nabla} \times \vec{J}_s. \quad (1.9)$$

La combinaison de ces deux équations, avec les équations de Maxwell, est une méthode simple pour effectuer des calculs sur les matériaux supraconducteurs, et permet notamment d'obtenir l'effet Meissner-Ochsenfeld [3].

En considérant que le terme dérivé du courant de déplacement peut être négligé devant la densité de courant des électrons supraconducteurs (approximation quasi-statique) l'équation de Maxwell-Ampère prend la forme :

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J}_s \quad (1.10)$$

En prenant le rotationnel de (1.10) et y en introduisant la seconde équation de London en sachant que $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$, on obtient une équation différentielle du second ordre en fonction de l'induction magnétique :

$$\Delta \vec{B} = \frac{\mu_0}{\Lambda} \vec{B}. \quad (1.11)$$

Proche d'une surface extérieure du supraconducteur, l'Équation (1.11) implique la décroissance exponentielle de l'induction magnétique au sein du matériau. La distance sur laquelle l'induction magnétique est atténuée d'un facteur e à partir de la surface du supraconducteur est appelée longueur de pénétration de London λ_L . La signification physique de λ_L est la longueur sur laquelle le champ magnétique pénètre un échantillon supraconducteur dans l'état Meissner. Les super-courants d'écrantage circulent en fait à la surface de l'échantillon sur une fine couche d'épaisseur λ_L , distance sur laquelle le champ magnétique décroît ; λ_L est défini par :

$$\lambda_L = \sqrt{\frac{\Lambda}{\mu_0}} = \sqrt{\frac{m^*}{\mu_0 \cdot n_s \cdot e^2}}. \quad (1.12)$$

1.1.3.2 Conductivité complexe

Les deux équations de London sont importantes pour l'étude des propriétés des supraconducteurs, particulièrement en régime micro-onde, car elles sont utilisables conjointement aux équations de Maxwell et permettent de rendre compte des propriétés hautes fréquences.

Passons maintenant au second cas où nous allons supposer que tous les champs électromagnétiques varient de manière sinusoïdale dans le temps.

$$\vec{J}_s = \vec{J}_{s0} e^{j\omega t} \quad (1.13)$$

$$\vec{J}_n = \vec{J}_{n0} e^{j\omega t} \quad (1.14)$$

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{j\omega t} \quad (1.15)$$

Dans ce cas, d'après l'équation (1.7), la conductivité du matériau supraconducteur s'écrit :

$$\vec{J}_{s0} = -\frac{j}{\omega\Lambda} \vec{E}_0 = \sigma_s \vec{E}_0, \quad (1.16)$$

où, par définition, $\sigma_s = -j\frac{1}{\omega\Lambda} = -j\frac{1}{\omega\mu\lambda_L^2}$ est définie comme étant la conductivité complexe du supraconducteur. Le caractère imaginaire pur signifie que la résistivité continue est nulle pour les électrons supraconducteurs.

La résistivité strictement nulle des électrons supraconducteurs en régime continu masque la résistivité des quasiparticules. Il devient, en régime sinusoïdal, impératif de prendre en compte cette résistivité résiduelle pour aboutir à la notion de conductivité complexe. D'après les équations (1.4) et (1.6), en introduisant la conductivité qui relie \vec{J} et \vec{E} par $\vec{J} = \sigma \vec{E}$, on obtient, avec la dépendance temporelle du champ électrique (1.13)

$$\vec{J}_{n0} = \frac{\sigma_0}{1 + j\omega\tau_{qp}} \vec{E}_0 = \sigma_{qp} \vec{E}_0, \quad (1.17)$$

où $\sigma_0 = \frac{n_{qp}e^2\tau_{qp}}{m}$. Cette équation montre que même dans les cas d'un conducteur normal, la conductivité possède une partie imaginaire :

$$\sigma_n = \sigma_0 \cdot \frac{1 - j\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \quad (1.18)$$

La partie réelle correspond aux pertes Ohmiques dans le matériau, alors que la partie imaginaire peut être vue comme une inductance s'opposant au passage du courant lorsque la fréquence augmente (négligeable pour des fréquences inférieures à 100 GHz).

L'expression du courant total peut maintenant être formulée comme suit :

$$\vec{J}_0 = \vec{J}_{n0} + \vec{J}_{s0} = \left\{ \frac{\sigma_0}{1 + \omega^2\tau^2} - j \left(\frac{n_s e^2}{\omega m} + \frac{\sigma_0 \omega \tau_{qp}}{1 + \omega^2\tau^2} \right) \right\} \vec{E}, \quad (1.19)$$

pouvant s'écrire sous forme réduite

$$\vec{J}_0 = (\sigma_1 - j\sigma_2) \vec{E}_0, \quad (1.20)$$

où

$$\sigma_1 = \frac{\sigma_0}{1 + \omega^2 \tau^2} \quad (1.21)$$

$$\sigma_2 = \frac{n_s e^2}{\omega m} + \frac{\sigma_0 \omega \tau_{qp}}{1 + \omega^2 \tau^2}. \quad (1.22)$$

La figure 1.3 illustre la circulation du courant dans un matériau supraconducteur. Celui est représenté par un circuit simple composé d'un élément inductif et d'un élément résistif en relation avec la conductivité complexe.

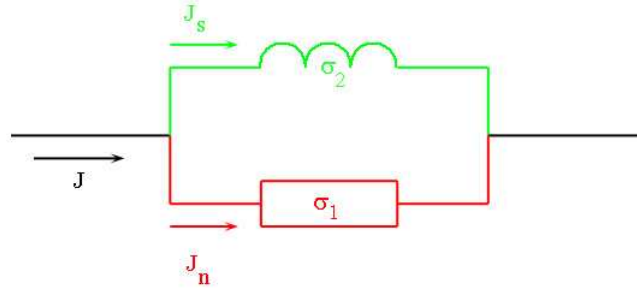


FIGURE 1.3 – Représentation schématique de la circulation du courant dans un supraconducteur : en vert, la partie inductive et en rouge la partie résistive. En régime basse fréquence le courant circule préférentiellement dans la partie inductive qui devient réactive à haute fréquence. Le courant circule alors dans la partie résistive, apparaissent alors des pertes.

Dans le régime basse fréquence, la partie inductive provoque un court-circuit et la partie résistive ne présente pas d'effet significatif. La partie inductive devient hautement réactive à haute fréquence, le courant circule de manière préférentielle dans la partie résistive, apparaissent alors des pertes. Les calculs présentés ici concernant la conductivité complexe des supraconducteurs sont assez élémentaires. Cependant l'idée principale est de montrer comment, à partir d'un modèle simple, le modèle à deux fluides, un supraconducteur peut être représenté par sa conductivité complexe. Des calculs basés sur la théorie BCS [5][11, 12, 13, 14] par exemple, permettent de calculer cette conductivité complexe à partir des paramètres fondamentaux des matériaux supraconducteurs. Nous avons évoqué plus haut : le nombre d'électrons supraconducteurs diminue avec la température. Habituellement, [15] les expressions utilisées pour illustrer la dépendance en température de la densité des types de porteurs sont :

$$n_s = n_0(1 - t^4) \quad (1.23)$$

$$n_{qp} = n_0 t^4 \quad (1.24)$$

où $t = \frac{T}{T_c}$ avec T la température et T_c la température critique.

1.1.3.3 Équation d'onde dans les supraconducteurs

En utilisant les équations de Maxwell, une équation d'onde peut être développée afin d'extraire une constante de propagation. Pour une dépendance en temps sinusoïdale et dans le cas d'une région de l'espace dépourvue de charges statiques, les

équations de Maxwell s'écrivent :

$$\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu(\vec{J} + j\omega\epsilon\vec{E}) \quad (1.25)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -j\omega\vec{B} \quad (1.26)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0 \quad (1.27)$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{E} = 0 \quad (1.28)$$

En prenant le rotationnel de (1.26), on obtient :

$$\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{E} = -j\omega\vec{\nabla} \times \vec{B}. \quad (1.29)$$

On substitue $\vec{\nabla} \cdot \vec{E}$ par son expression et $\vec{J} = \sigma\vec{E}$,

$$\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{E} = -j\omega\mu(\sigma + j\omega\epsilon)\vec{E}, \quad (1.30)$$

avec σ complexe pour un supraconducteur. D'après l'identité vectorielle

$$\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{E} = \vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{E}) - \Delta\vec{E}, \quad (1.31)$$

et $\vec{\nabla}(\vec{\nabla} \cdot \vec{E}) = 0$ d'après (1.27) on a

$$\vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{E} = -\Delta\vec{E}. \quad (1.32)$$

Par substitution dans (1.29) on a

$$\Delta\vec{E} = j\omega\mu(\sigma + j\omega\epsilon)\vec{E}, \quad (1.33)$$

l'équation d'onde pour le champ électrique. Une équation similaire peut être obtenue pour \vec{H} et calculée de la même manière. L'équation 1.33 peut être réécrite de la manière suivante :

$$\Delta\vec{E} = \gamma^2\vec{E}, \quad (1.34)$$

où γ est la constante de propagation. Cette équation présente un caractère très général en relation avec la propagation des ondes électromagnétiques dans les supraconducteurs. Considérons maintenant un cas plus restreint mais très souvent rencontré en pratique, le cas des ondes planes.

1.1.3.4 Ondes planes dans les supraconducteurs : impédance de surface

Pour une onde plane se propageant dans la direction z, l'expression la plus simple pour le champ électromagnétique est

$$E_x = E_x^0 e^{-j(k_z z - \omega t)} e^{-\gamma z} \quad (1.35)$$

$$H_y = H_y^0 e^{-j(k_z z - \omega t)} e^{-\gamma z}$$

Le champ électrique est dans la direction x et perpendiculaire à celui-ci, le champ magnétique dans la direction y. On peut facilement montrer que l'expression du champ électromagnétique ainsi définie est solution de l'équation de propagation 1.33 et que la constante de propagation est donnée par :

$$\gamma = \sqrt{j\omega\mu(\sigma + j\omega\epsilon)} \quad (1.36)$$

Les vecteurs \vec{E} et \vec{B} sont reliés par la loi de Faraday qui donne dans le cas d'une onde plane :

$$-j\omega B_y = \frac{\partial E_x}{\partial z}. \quad (1.37)$$

En substituant dans cette équation E_x et B_y par leurs expressions on obtient, en écrivant $\vec{B} = \mu \vec{H}$

$$Z_s = \frac{E_x}{H_y} = \sqrt{\frac{j\omega\mu}{\sigma + j\omega\epsilon}}, \quad (1.38)$$

qui est l'impédance intrinsèque du milieu où l'onde électromagnétique considérée se propage. Cette expression est applicable à tous les matériaux, le terme d'impédance de surface est généralement employé pour des matériaux dont la conductivité est bonne. Dans le cas d'un supraconducteur, la conductivité σ doit être remplacée par $\sigma_1 - j\sigma_2$, la conductivité complexe. La constante de propagation prend la forme :

$$\gamma = \sqrt{j\omega\mu(\sigma_1 - j\sigma_2 + j\omega\epsilon)}, \quad (1.39)$$

pouvant être réécrite comme

$$\gamma = \sqrt{\omega\mu\sigma_2 \left(1 + j\frac{\sigma_1}{\sigma_2} - \frac{\omega\epsilon}{\sigma_2}\right)}. \quad (1.40)$$

Aux fréquences en jeu, il est raisonnable de considérer, le terme correspondant au courant de déplacement $-\frac{\omega\epsilon}{\sigma_2}$ comme négligeable. De plus, supposons que la température est inférieure à la température de transition, soit : $\sigma_2 \gg \sigma_1$. Après un développement en série à l'ordre 1 on obtient l'expression suivante pour la constante de propagation :

$$\gamma = \sqrt{\omega\mu\sigma_2} \left(1 + j\frac{\sigma_1}{2\sigma_2}\right). \quad (1.41)$$

Le terme $\sqrt{\omega\mu\sigma_2}$ représente la décroissance de l'onde électromagnétique lors de sa progression au sein d'un matériau supraconducteur. Cette décroissance est exponentielle i.e. $e^{\sqrt{\omega\mu\sigma_2}z}$. Il est possible de définir une profondeur caractéristique qui est la profondeur sur laquelle l'onde décroît de e^{-1} . Cette profondeur caractéristique est appelée la profondeur de peau pour un supraconducteur, elle est donnée par :

$$\delta = \frac{1}{\sqrt{\omega\mu\sigma_2}}. \quad (1.42)$$

La partie imaginaire de la constante de propagation est, d'après l'Équation (1.41) :

$$\beta = \sqrt{\frac{\omega\mu\sigma_1^2}{4\sigma_2}}. \quad (1.43)$$

Par conséquent, la vitesse de propagation de l'onde électromagnétique est donnée par :

$$c = \frac{\omega}{\beta} = \sqrt{\frac{4\omega\sigma_2}{\mu\sigma_1}}. \quad (1.44)$$

En utilisant maintenant l'expression de l'impédance de surface pour un supraconducteur, donnée par l'Équation (1.38) et en y substituant la conductivité σ par la conductivité complexe $\sigma_1 + j\sigma_2$, on obtient :

$$Z_S = \sqrt{-\frac{\omega\mu}{\sigma_2}} \left(-\frac{\sigma_1}{j\sigma_2} + 1 - \frac{\omega\epsilon}{\sigma_2} \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (1.45)$$

où nous avons utilisé que $\omega\epsilon/\sigma_2$ est petit. De plus, en considérant que $\sigma_2 \gg \sigma_1$, on obtient :

$$Z_S = \sqrt{\frac{\omega\mu}{\sigma_2}} \left\{ j + \frac{\sigma_1}{2\sigma_2} \right\}. \quad (1.46)$$

A partir de cette expression, il est possible de séparer l'impédance de surface en un terme de résistance et en un terme de réactance soit :

$$R_S = \frac{\sigma_1}{2\sigma_2} \sqrt{\frac{\omega\mu}{\sigma_2}}, \quad (1.47)$$

la résistance de surface et

$$X_S = \sqrt{\frac{\omega\mu}{\sigma_2}}, \quad (1.48)$$

la réactance de surface. En remplaçant σ_2 par son expression, il vient :

$$R_S = \frac{\omega^2 \mu^2 \sigma_1 \lambda^3}{2} \quad (1.49)$$

$$X_S = \omega\mu\delta \quad (1.50)$$

1.1.3.5 Théorie de Ginzburg-Landau : deux types de supraconducteurs

Initialement introduite pour rendre compte des transitions de phases thermodynamiques du second ordre, la théorie de Ginzburg-Landau, généralisation de la théorie de London, postule l'existence d'un paramètre d'ordre supraconducteur. Il est représenté par une fonction d'onde complexe $\psi(r)$, dépendante des coordonnées spatiales[10]. Cette théorie permet de traiter les situations où la densité d'électrons supraconducteurs varie spatialement (état mixte, fluctuations thermiques). Le module $|\psi(r)|^2$ est directement relié à la densité d'électrons supraconducteurs $|\psi(r)|^2 = n_s^*$. Proche de la température critique l'énergie libre de GL dans l'état supraconducteur, s'écrit :

$$F_s = F_n + \int_V \left[\alpha(T)|\psi(r)|^2 + \frac{\beta(T)}{2}|\psi(r)|^4 + \frac{1}{2m^*} \left| \left(\frac{\hbar}{i} \nabla - e^* A \right) \psi(r) \right|^2 + \frac{B^2}{2\mu_0} \right] d^3r, \quad (1.51)$$

où F_n est l'énergie libre dans l'état normal, V le volume considéré, m^* et e^* respectivement masse et charge des porteurs ($e^* = 2e$), A le potentiel vecteur et B l'induction magnétique locale. Cette formule fait aussi apparaître deux constantes phénoménologiques dépendantes à priori de la température, $\alpha(T)$ et $\beta(T)$. Minimiser l'énergie libre F_s par rapport au paramètre d'ordre $\psi(r)$ et au potentiel vecteur A ,

conduit à un système de deux équations différentielles couplées, appelées équations de Ginzburg-Landau, décrivant le paramètre d'ordre et la densité de super-courant \vec{J}_s [14][16]. Ce système amène à définir deux longueurs caractéristiques : la longueur de cohérence de Ginzburg-Landau ξ_{GL} , qui représente l'échelle de longueur des variations spatiales du paramètre d'ordre, soit la plus courte distance sur laquelle ψ peut s'annuler, et la longueur de pénétration de Ginzburg-Landau, λ_{GL} , donnant quand à elle l'échelle de distance des variations spatiales du potentiel vecteur \vec{A} , donc de l'induction magnétique locale \vec{B} (Figure 1.4). On a

$$\xi_{GL}(T) = \left(\frac{\hbar^2}{2m^*|\alpha'(T - T_c)|} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (1.52)$$

avec $\alpha(T) = \alpha'(T - T_c)$ $\alpha' > 0$ et $\beta(T) = \beta$, et

$$\lambda_{GL}(T) = \left(\frac{m^*}{(e^*)^2 \mu_0 n_s^*} \right)^{\frac{1}{2}} = \left(\frac{m^* \beta}{(e^*)^2 \mu_0 |\alpha'(T - T_c)|} \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (1.53)$$

Il existe une relation entre la longueur de pénétration de London et la longueur de pénétration de Ginzburg-Landau [10]

$$\lambda_L = 1.35 \lambda_{GL}. \quad (1.54)$$

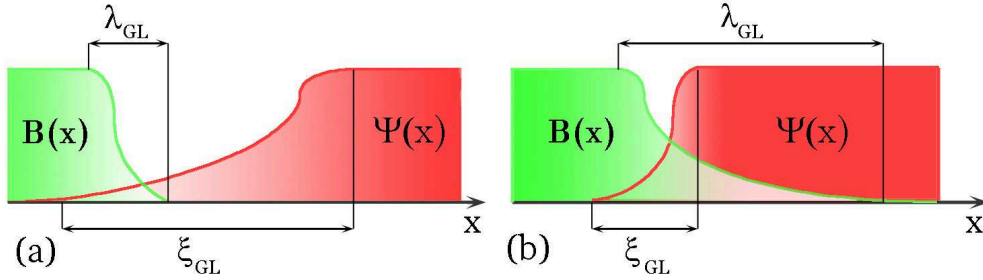


FIGURE 1.4 – Échelles de longueur des variations spatiales du champ magnétique $B(x)$ et du paramètre d'ordre $\Psi(x)$ dans les deux types de supraconducteurs. (a) : Dans un supraconducteur de type 1, $\kappa < 1/\sqrt{2}$, l'énergie du système est minimale s'il n'existe qu'une interface normal-supraconducteur à la surface de l'échantillon. (b) : Dans un supraconducteur de type 2, $\kappa > 1/\sqrt{2}$, il est favorable sur le plan énergétique de créer autant d'interface normal-supraconducteur que possible, d'où la pénétration de vortex dans l'échantillon.

Près de la température critique $\xi_{GL}(T)$ et $\lambda_{GL}(T)$ divergent comme $(T_c - T)^{-\frac{1}{2}}$. Cette théorie donne des résultats tout à fait raisonnables sur la gamme de température d'existence de la supraconductivité, bien qu'elle ne soit à priori valable que près de T_c . Le rapport de Ginzburg-Landau κ est défini par :

$$\kappa = \frac{\lambda_{GL}(T)}{\xi_{GL}(T)} \quad (1.55)$$

Celui-ci permet de classer les supraconducteurs en deux catégories (Type 1 et Type 2) :

- $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ ($\xi_{GL} > \sqrt{2}\lambda_{GL}$) (Figure 1.4(a)) : L'augmentation de l'énergie engendrée par la pénétration du flux magnétique à une interface N-S est supérieure à la perte d'énergie de condensation dans l'état supraconducteur. Il est par conséquent plus favorable énergétiquement pour le matériau de limiter la formation d'une interface N-S (énergie positive) . L'état supraconducteur existe en-dessous du champ critique thermodynamique H_c (Figure 1.5(a)) au-delà duquel la supraconductivité disparaît (Figure 1.5(b)) : Type 1.

Le champ critique thermodynamique est exprimé par :

$$H_c = \frac{\phi_0}{\sqrt{8\pi}\mu_0\xi_{GL}\lambda_{GL}}. \quad (1.56)$$

Le diagramme de phase H-T d'un supraconducteur de type 1 est présenté dans le figure 1.6.

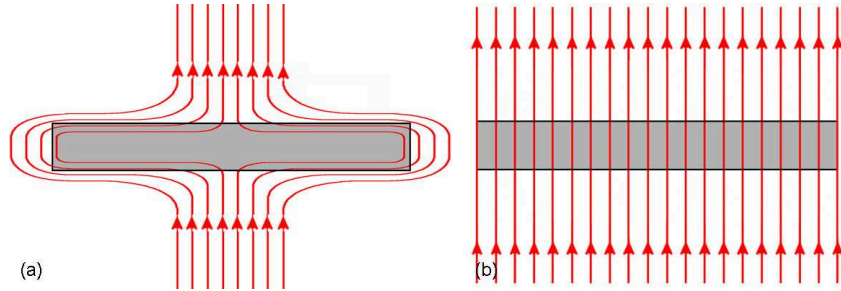


FIGURE 1.5 – Représentation schématique (a) de l'état Meissner, le champ magnétique est dévié par la présence du supraconducteur. L'induction B à l'intérieur de ce dernier est nulle sauf sur une couche surfacique d'épaisseur λ et (b) de l'état normal, la pénétration du champ magnétique appliqué est complète.

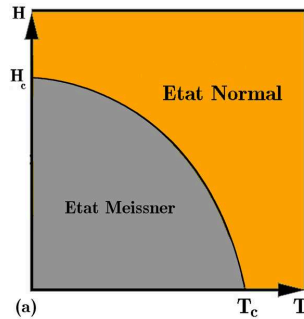


FIGURE 1.6 – Diagramme de phase ($H - T$) schématique pour les supraconducteurs homogènes de type 1. Pour $H < H_C$, le supraconducteur est dans l'état Meissner et présente un caractère diamagnétique parfait. Pour $H > H_C$ le champ magnétique pénètre totalement le volume du matériau, la supraconductivité disparaît pour laisser place à l'état normal

- $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ ($\xi_{GL} > \sqrt{2}\lambda_{GL}$) (Figure 1.4 (b)) : Dans ce cas, l'état supraconducteur est stable vis à vis de la formation d'interface N-S (énergie négative). Le matériau reste dans l'état Meissner jusqu'au premier champ critique H_{c1} . Pour $H_{c1} < H < H_{c2}$, le flux magnétique pénètre l'échantillon sous la forme de tubes de flux quantifié, appelés vortex (Figure 1.7(b)) . Chaque vortex est responsable pour un quantum de flux, $\phi_0 = h/2e$, qui traverse le matériau [17]. Au-delà de H_{c2} , la supraconductivité disparaît : Type 2
Le diagramme H-T d'un supraconducteur de type 2 est présenté dans la figure 1.7(a). H_{c1} et H_{c2} s'écrivent [14] [16] [17, 132].

$$H_{c1} \simeq \frac{\phi_0}{4\pi\mu_0\lambda_{GL}^2} \ln(\kappa), \quad (1.57)$$

$$H_{c2} = \frac{\phi_0}{2\pi\mu_0\xi_{GL}^2}. \quad (1.58)$$

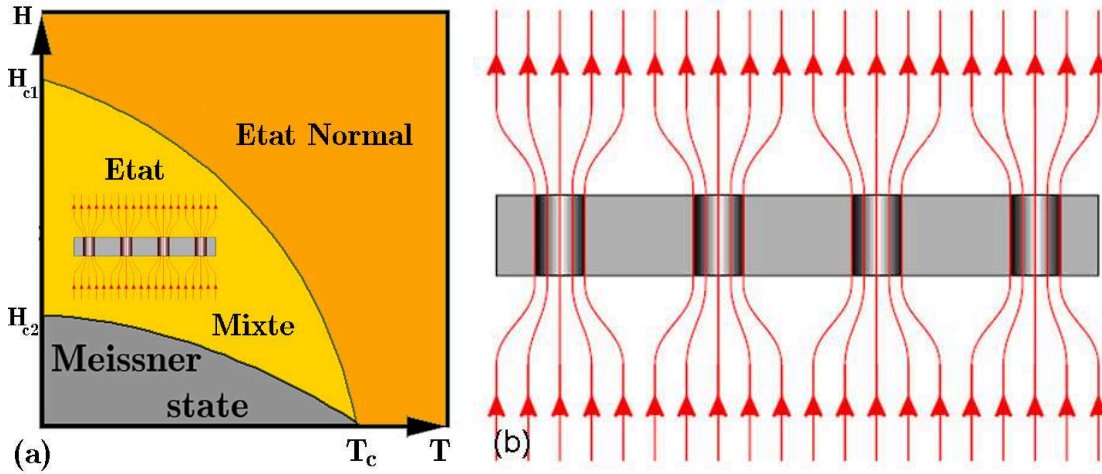


FIGURE 1.7 – (a) Diagramme de phase H-T des supraconducteurs de type 2. Pour $H < H_{C1}$ le supraconducteur est dans l'état Meissner, lorsque $H_{C1} < H < H_{C2}$ le champ magnétique appliqué pénètre partiellement dans son volume, (b) sous la forme de vortex. Enfin la supraconductivité disparaît quand $H > H_{C2}$.

1.1.4 Réseau de vortex

Un vortex est constitué d'un cœur, à l'état normal, de rayon ξ . Le cœur est entouré par un tourbillon de courant non-dissipatif, qui s'éteint exponentiellement, sur une distance λ_L . Le courant produit le flux magnétique ϕ_0 associé au vortex, et atteint sa valeur maximale sur le pourtour du cœur (Figure 1.8).

Les courants d'écrantage sont à l'origine d'une interaction répulsive entre les vortex[19]. Cette interaction donne lieu à une auto-organisation des lignes de flux afin de minimiser leur énergie[20] . Les deux configurations les plus naturelles sont le réseau carré et le réseau triangulaire, illustrés dans la Figure 1.9 (a) et (b). La distance a_0 entre deux vortex dépend de la densité moyenne de flux magnétique présent dans le matériau,

$$a_0 = \sqrt{\frac{\phi_0}{B}}. \quad (1.59)$$

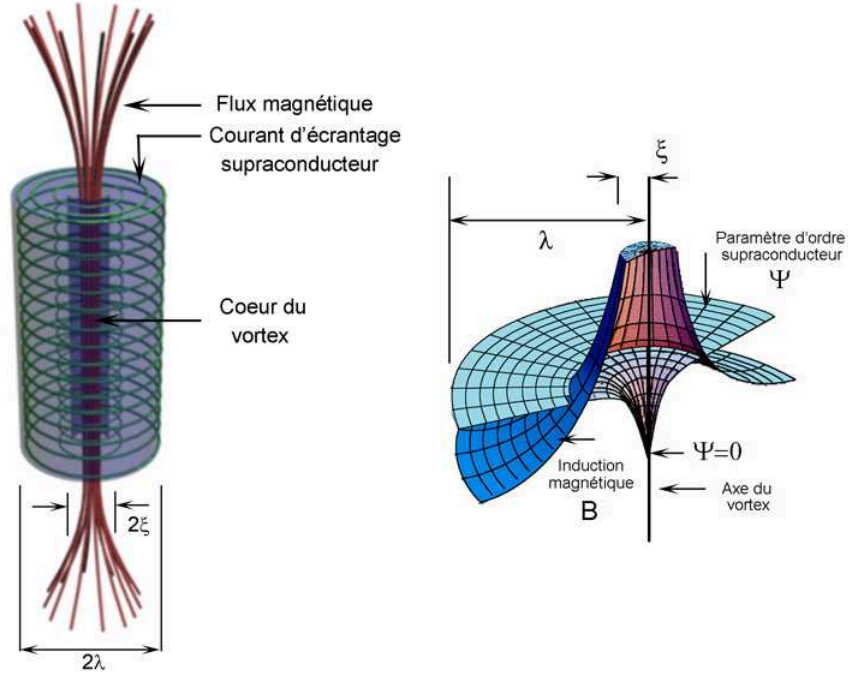


FIGURE 1.8 – Schéma d'un vortex dans un supraconducteur isotrope. L'axe de symétrie du vortex est parallèle au champ magnétique appliqué. Le paramètre d'ordre est nul à l'intérieur du cœur qui se trouve dans l'état normal sur un rayon ξ . Le champ pénètre le matériau dans ce cœur et décroît exponentiellement sur une distance typique de l'ordre de λ . Dans cette zone circulent des courants supraconducteurs qui écrante le champ magnétique présent dans le cœur.

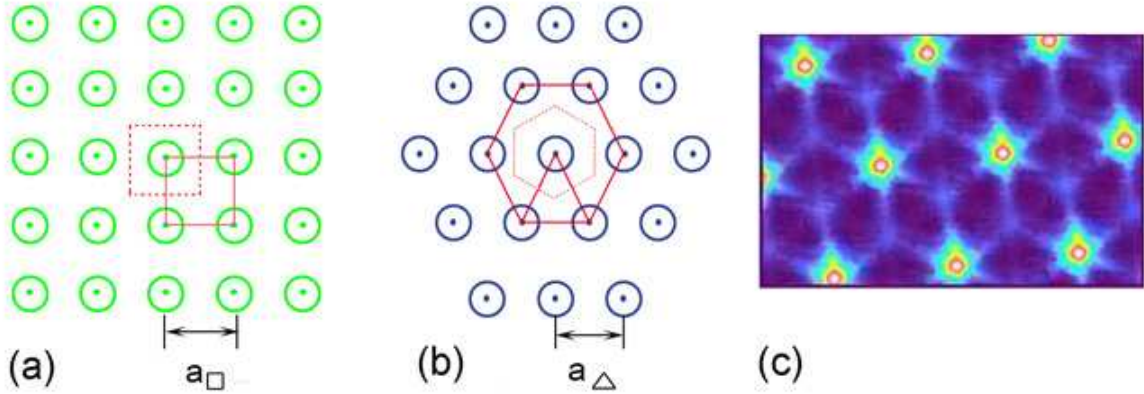


FIGURE 1.9 – Diagramme schématique du réseau de vortex carré (a) et triangulaire (b). (c) illustre le réseau de vortex triangulaire observé par spectroscopie tunnel sur un supraconducteur de type 2.

Dans le cas du réseau carré l'aire de la cellule unitaire (ligne pointillée dans la Figure 1.9 (a)) est égale à $S_{\square} = a_{\square}^2$, comparée à la définition du pas du réseau, c'est à dire la distance par rapport au plus proche voisin, $a_{\square} = a_0$. Pour le réseau triangulaire, chaque vortex se trouve au centre d'un réseau hexagonal, l'aire de la cellule unitaire (ligne pointillée dans la Figure 1.9 (b)) vaut $S_{\Delta} = \frac{\sqrt{3}}{2}a_{\Delta}^2$ et le pas du réseau : $a_{\Delta} = \left(\frac{2}{\sqrt{3}}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{\phi_0}{B}\right)^{\frac{1}{2}} = 1.075a_0$. La distance entre deux vortex voisins

est plus grande dans le cas du réseau triangulaire, cette configuration est donc plus favorable énergiquement. L'image présentée dans la Figure 1.9 (c), obtenue à partir de spectroscopie tunnel sur un supraconducteur de type 2 dans son état mixte illustre cet arrangement. Un tel réseau triangulaire est appelé réseau d'Abrikosov.

1.1.5 Dynamique des vortex

La réponse électrodynamique des supraconducteurs de type 2 sous champ magnétique est principalement déterminée par celle des vortex[21]. Lors de l'application d'un courant électrique de densité J dans un échantillon supraconducteur, les lignes de flux sont soumises à une force de Lorentz \vec{F}_L :

$$\vec{F}_L = \vec{J} \times \phi_0 \vec{z} \quad (1.60)$$

où ϕ_0 est le quantum de flux porté par un vortex et \vec{z} le vecteur unité dont la direction est celle de l'axe du vortex. La force \vec{F}_L est perpendiculaire au courant \vec{J} et à l'induction magnétique \vec{B} . Sous l'action de cette force, les lignes de flux se mettent en mouvement. En considérant que le mouvement des vortex est uniquement soumis à une force de friction [14] $\gamma \vec{v}_L$ on a la relation

$$\vec{J} \times \phi_0 \vec{z} = \gamma \vec{v}_L. \quad (1.61)$$

Ce déplacement crée un champ électrique \vec{E} colinéaire à \vec{J} :

$$\vec{E} = \vec{B} \times \vec{v}_L \quad (1.62)$$

Une tension non nulle apparaît alors dans l'échantillon. En combinant les équations (1.63) et (1.64) on obtient la relation entre le champ électrique et le courant appliqué :

$$\vec{E} = \frac{B\phi_0}{\gamma} \vec{J}. \quad (1.63)$$

La résistivité ρ est non-nulle et il y a dissipation d'énergie en raison du fluage des vortex. L'expression de cette résistivité, appelée résistivité flux flow, ρ_f , est donnée par la loi d'Ohm :

$$\rho_f = \frac{E}{J} = B \frac{\phi_0}{\gamma}. \quad (1.64)$$

En appliquant la loi d'Ohm dans le cœur du vortex et les équations de London à l'extérieur, J. Bardeen et M.J. Stephen [22] ont établi une relation entre ρ_f et ρ_n , la résistivité du supraconducteur dans son état normal :

$$\rho_f = \frac{B}{\mu_0 H_{c2}} \rho_n. \quad (1.65)$$

1.1.6 Piégeage de vortex et ligne d'irréversibilité

La structure cristalline des supraconducteurs présente généralement des défauts tels que des plans de macles, des joints de grains, des lacunes d'oxygène ou encore des précipités non supraconducteurs. Ces zones présentent un paramètre d'ordre supraconducteur affaibli et constituent des zones dans lesquels les lignes de flux se forment préférentiellement. La répartition spatiale des courants d'écrantage et du champ magnétique est alors perturbée par la présence de ces défauts qui exercent

une force attractive sur les vortex. Les lignes de flux diminuent leur énergie en restant ancrées dans ces défauts. Si les vortex sont complètement piégés, la résistance électrique est nulle. La force d'ancrage F_p est supérieure à la force de Lorentz F_l . A mesure que la densité de courant augmente F_l , devient de plus en plus grande et surpasse la force de piégeage lorsque $J = J_c$. Les vortex se mettent en mouvement et causent une dissipation d'énergie. La densité de courant critique J_c est appelée densité de courant de dépiégeage. La force de piégeage, opposée au mouvement des vortex, est à l'origine du comportement hystérétique de l'aimantation dans les supraconducteurs de type 2.

1.1.6.1 Modèle de l'état critique : Modèle de Bean

Le modèle de Bean permet de déterminer la répartition du champ magnétique à l'intérieur d'un supraconducteur. Dans ce modèle, la densité de courant critique est supposée indépendante du champ magnétique appliqué ($J_c = cste$) et du temps. De plus dans les régions pénétrées par le champ magnétique la densité de courant est considérée égale à la densité de courant critique. Sachant que $\vec{\nabla} \times \vec{B} = \mu_0 \vec{J}_c$, il y aura dans ces régions un gradient de densité de flux magnétique.

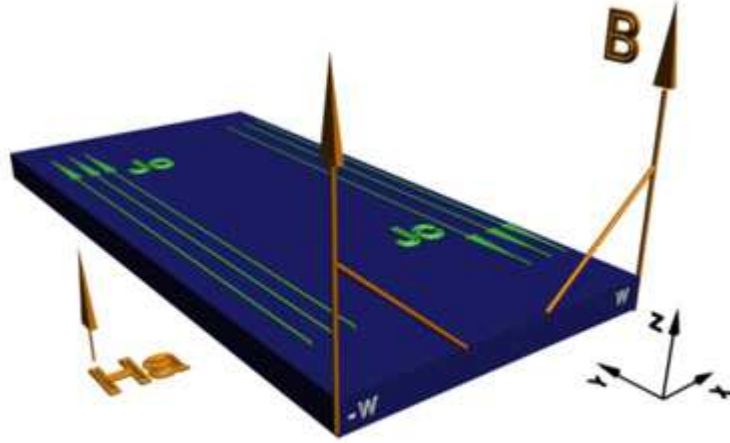


FIGURE 1.10 – Plaque supraconductrice infinie de type 2 soumise à un champ magnétique H_a orienté dans la direction Z . Dans le modèle de Bean, la pente de $B_z(x)$ est proportionnelle à la densité de courant critique j_c

Considérons le cas de la figure 1.10 traitant le cas d'une plaque supraconductrice de type 2 de largeur $2W$ le long de l'axe x et d'une extension infinie dans les directions x et y . Le champ magnétique est appliqué le long de l'axe z . Dans le modèle de Bean [23, 24], la densité de courant peut prendre trois valeurs : 0 et $\pm J_c$. Dans la zone vierge d'induction magnétique, la densité de courant est égale à 0. Le comportement de l'état critique, avec le champ magnétique appliqué, pour un échantillon initialement dans l'état Meissner est donné, pour la distribution des courants, par l'Équation (1.68) et pour la distribution du champ magnétique par l'Équation (1.69).

$$j_y(x) = \begin{cases} j_c & -W < x \leq -a, \\ 0 & -a < x < a, \\ -j_c & a \leq x < W. \end{cases} \quad (1.66)$$

$$B_z(x) = \begin{cases} 0 & 0 \leq |x| < a, \\ \mu_0(|x| - a)j_c & a \leq |x| < W. \end{cases} \quad (1.67)$$

où a est défini comme : $a = W - \frac{H_a}{j_c}$. Cette distribution est en réalité plus complexe lorsque l'on considère d'autres géométries, mais le gradient de flux magnétique reste proportionnel à la densité de courant critique. Dans le cas d'un film mince d'épaisseur d soumis à un champ magnétique perpendiculaire à sa surface, le calcul de la distribution de la densité de courant et de l'induction magnétique donne cette fois [25] :

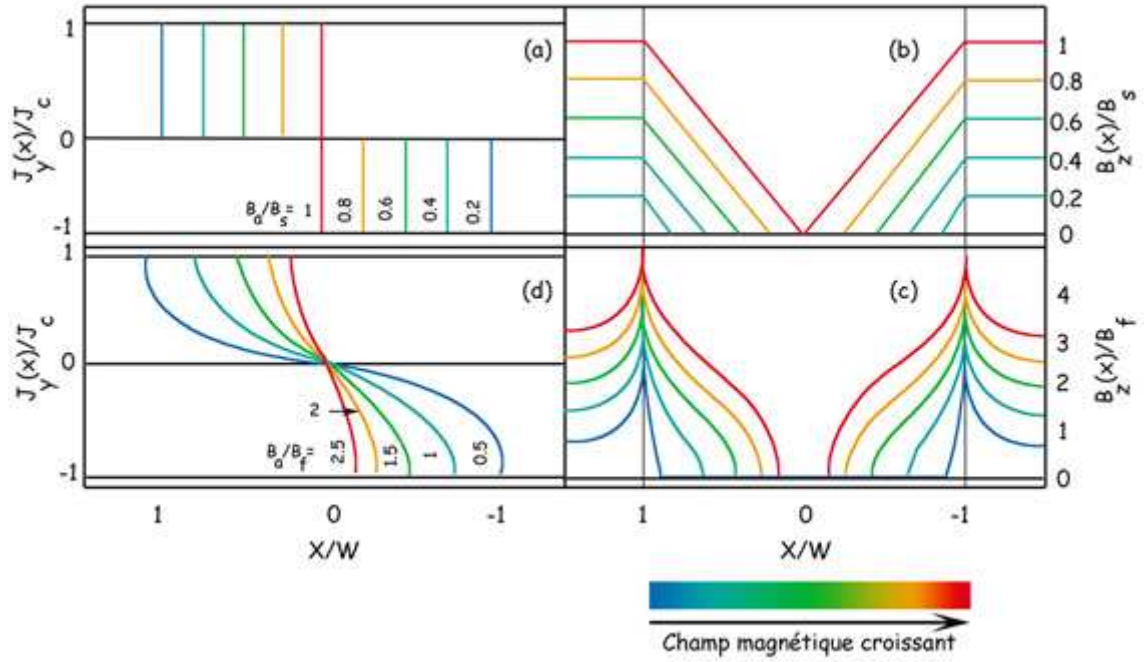


FIGURE 1.11 – Profils de la densité de courant $j_y(x)/j_c$ pour (a) une plaque supraconductrice infinie et (d) dans un film mince d'épaisseur d . Profils de la répartition du champ magnétique $B_z(x)/B_f$ dans (b) une plaque supraconductrice infinie et (c) dans un film mince d'épaisseur d . Le champ magnétique est orienté selon l'axe z .

$$j_y(x) = \begin{cases} j_c & -W < x \leq -a, \\ -\frac{2j_c}{\pi} \arctan \left(\frac{x}{W} \sqrt{\frac{W^2 - a^2}{a^2 - x^2}} \right) & -a < x < a, \\ -j_c & a \leq x < W. \end{cases} \quad (1.68)$$

$$B_z(x) = \begin{cases} 0 & |x| \leq a, \\ B_f \ln \left(\frac{|x| \sqrt{W^2 - a^2} + W \sqrt{x^2 - a^2}}{a \sqrt{|x^2 - W^2|}} \right) & |x| > a. \end{cases} \quad (1.69)$$

où $B_f = \frac{1}{\pi} \mu_0 d j_c$ et a est donné par : $a = \frac{W}{\cosh(\mu_0 H_a / B_f)}$. Ces résultats sont tracés dans la Figure 1.9.

1.2 Objectif du travail présenté

L'utilisation des matériaux supraconducteurs dans les systèmes de traitement du signal permet d'améliorer de manière significative les performances de ce type de dispositif. Il permettent de répondre aux besoins croissants de sélectivité et de pureté spectrale. Ce type d'application se trouve cependant limité dans sa plage d'utilisation, à cause de l'apparition de pertes énergétiques dans la gamme micro-onde [26, 30]. L'impédance de surface détermine en grande partie la réponse électrodynamique de ces matériaux en régime hyperfréquence, la résistance de surface de films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est étudiée depuis une dizaine d'années au sein du laboratoire UMR 137 CNRS/THALES. Les travaux précédents ont tout d'abord permis d'obtenir des films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ présentant de très faibles valeurs de résistance de surface. Des protocoles de mesures ont été établis et l'influence des procédés technologiques de mise en forme caractérisés. Ces travaux ont aboutis à la réalisation de plusieurs types de dispositifs passifs de traitement du signal hyperfréquence. Certaines applications nécessitent toutefois l'emploi de fortes puissances micro-onde. Dans ce régime ; la résistance de surface des films supraconducteurs augmente très rapidement et dégrade les performances des systèmes. Le but de ce travail est d'étendre la plage d'étude de la résistance de surface au régime haute puissance micro-onde, ainsi qu'à des températures plus basses. Ceci afin de comprendre les mécanismes de dissipation mis en jeu. Dans un second temps on utilise les résultats obtenus pour la réalisation de résonateurs supraconducteurs à fort facteur de qualité, briques de base pour la conception d'oscillateurs locaux et de filtres en fréquence.

Chapitre 2

Mesure de l'impédance de surface par la méthode du résonateur diélectrique

2.1 Méthode du résonateur diélectrique

2.1.1 Principe

Les mesures de l'impédance de surface des échantillons supraconducteurs, présentés au chapitre suivant ont été effectués en étudiant les variations de la fréquence de résonance f_0 et de la largeur du pic de résonance Δf d'un résonateur diélectrique [31], mis en contact direct avec l'échantillon à mesurer. Les propriétés hyperfréquence des couches minces supraconductrices ont une influence directe sur ces paramètres qui, après calcul, permettent d'accéder aux caractéristiques de l'échantillon dans la gamme hyperfréquence en question [29, 30][32, 33, 34, 35]. Le résonateur se présente sous la forme d'un cylindre usiné dans un matériau diélectrique. Ce cylindre constitue une cavité résonante dont la géométrie impose la fréquence de résonance.

2.1.2 Fréquence de résonance d'une cavité

On considère une cavité constituée d'un guide d'onde cylindrique creux fermé aux extrémités, l'intérieur est un milieu de constante diélectrique ϵ et de permittivité μ (Figure 2.1). Une telle cavité est susceptible de résonner pour infinité de fréquence propre correspondant chacune à une configuration du champ électromagnétique appliqué à l'intérieur de celle-ci. Chaque configuration, ou mode, est solution des équations de Maxwell, compte tenu des conditions aux limites sur la surface interne de la cavité. C'est le mode TE_{011} qui a été utilisé, l'orientation des lignes de champ électrique et magnétique est schématisée dans la Figure 2.2. Ce mode nous permettra d'appliquer un champ magnétique perpendiculaire à la surface de l'échantillon de façon homogène.

En raison des réflexions aux extrémités de la cavité, la dépendance en z du champ électrique dans le cas d'une onde stationnaire dans le mode transverse électrique s'écrit :

$$E_z = (A(\rho)\sin kz + B(\rho)\cos kz) e^{j\omega t}. \quad (2.1)$$

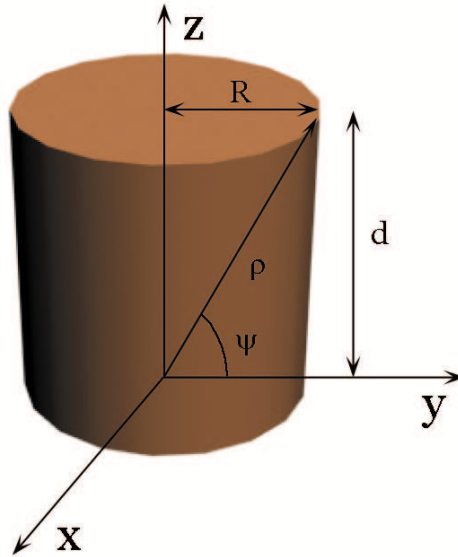


FIGURE 2.1 – Vue Schématique d'une cavité composée d'un guide d'onde cylindrique creux fermé aux extrémités

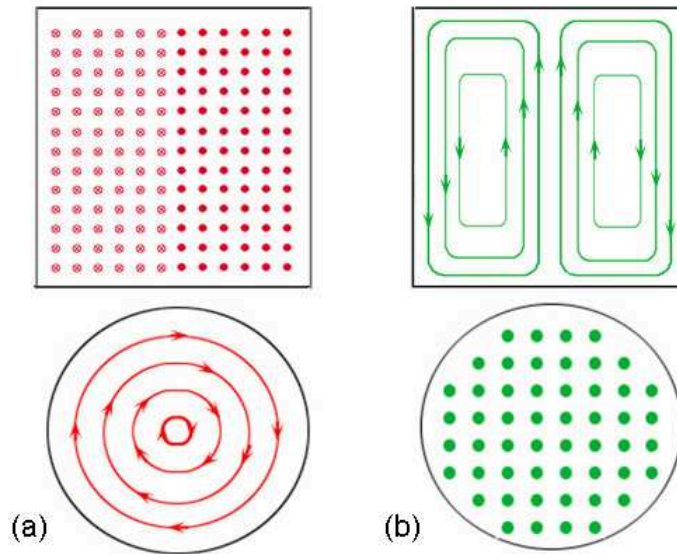


FIGURE 2.2 – Lignes de force des champs (a) électrique et (b) magnétique dans une cavité cylindrique correspondant au mode TE_{011} , coupe selon le plan (zy) en haut et selon le plan (xy) en bas.

Supposons les surfaces frontières situées en $z = 0$ et $z = d$. Les conditions aux bords $E(\rho, \phi, 0) = E(\rho, \phi, d) = 0$ sont satisfaites sur chacune des surfaces si :

$$k = p \frac{\pi}{d}, \quad (2.2)$$

où p peut prendre un nombre infini de valeurs entières, $p = 0, 1, 2, \dots$. Ces conditions imposent pour le mode transverse électrique (TE)

$$H_z = \Psi(\rho, \psi) \sin(kz). \quad (2.3)$$

Dans un guide d'onde creux de section uniforme (cas de la cavité cylindrique) les champs transverses électriques et magnétique sont liés par :

$$\vec{H}_t = \frac{k}{\mu\omega} \vec{z} \times \vec{E}_t. \quad (2.4)$$

On a de plus la relation :

$$\vec{H}_t = \frac{ik}{\gamma^2} \vec{\nabla}_t \Psi(\rho, \psi). \quad (2.5)$$

Les amplitudes des champs transverses électrique et magnétique s'écrivent alors :

$$\vec{E}_t = -\frac{i\omega\mu}{\gamma^2} \sin(kz) \vec{e}_z \times \vec{\nabla}_t \Psi(\rho, \psi), \quad (2.6)$$

$$\vec{H}_t = \frac{p\pi}{d\gamma^2} \cos(kz) \vec{\nabla}_t \Psi(\rho, \psi). \quad (2.7)$$

Pour le mode d'oscillation TE (valable aussi pour le mode TM) la fonction d'onde $\Psi(x, y)$ est déterminée par l'équation :

$$(\nabla_t + \gamma^2) \Psi(\rho, \psi) = 0, \quad (2.8)$$

avec

$$\Psi(\rho, \psi) = \Psi(\rho) e^{im\psi}. \quad (2.9)$$

En coordonnées cylindriques l'équation 2.8 s'écrit :

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} + \gamma^2 - \frac{m^2}{\rho^2} \right) \Psi(\rho) = 0, \quad (2.10)$$

avec, γ la constante de propagation :

$$\gamma^2 = \mu\epsilon\omega^2 - \left(\frac{p\pi}{d} \right)^2. \quad (2.11)$$

Pour chaque valeur de p , la valeur propre :

$$\gamma_m^2 = \mu\epsilon\omega_m^2 - \left(\frac{p\pi}{d} \right)^2, \quad (2.12)$$

détermine une fréquence propre (fréquence de résonance) ω_{mp} , donnée par

$$\omega_{mp}^2 = \frac{1}{\mu\epsilon} \left(\gamma^2 + \left(\frac{p\pi^2}{d} \right)^2 \right). \quad (2.13)$$

Les fréquences de résonances forment un ensemble discret. L'équation 2.10 est une équation de Bessel différentielle, les solutions d'une telle équation sont données par les fonctions de Bessel et la fonction d'onde totale est donnée par :

$$\Psi(\rho, \psi) = J_m(\gamma_m \rho) e^{\pm im\psi}, \quad (2.14)$$

γ_m contient en réalité un indice supplémentaire correspondant aux zéros de la fonction de Bessel J . Si x_{mn} est la n -ième racine de la fonction de Bessel J_m , alors

$$\gamma_m \Rightarrow \gamma_{mn} = \frac{x_{mn}}{R}. \quad (2.15)$$

Enfin, d'après les conditions aux bords définissant le mode de résonance TE, les fréquences de résonance sont données par [36, 37, 38, 39] :

$$\omega_{mnl} = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}} \sqrt{\frac{x_{mn}^2}{R^2} + \frac{p^2\pi^2}{d^2}}. \quad (2.16)$$

2.1.3 Cas du résonateur diélectrique

Un résonateur diélectrique prend généralement la forme d'un cylindre usiné dans un matériau possédant une forte constante diélectrique. La résonance provient de la réflexion interne d'une onde électromagnétique appliquée aux interfaces air/diélectrique. On peut alors différencier la partie de l'énergie électromagnétique confinée à l'intérieur du résonateur de l'énergie du champ extérieur. L'énergie rayonnée est fonction de la valeur de la constante diélectrique du matériau employé. Plus la constante diélectrique est importante, plus le champ magnétique (nous sommes dans le cas d'une utilisation du mode TE) est confiné au sein du résonateur (Figure 2.3).

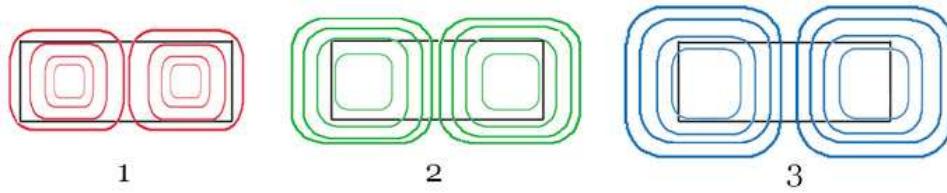


FIGURE 2.3 – Représentation schématique de la distribution des lignes de champ magnétique pour le mode TE_{011} au sein d'un résonateur diélectrique. Trois cas sont dessinés, correspondant à $\epsilon_1 > \epsilon_2 > \epsilon_3$

Contrairement au calcul précédent, qui traitait d'une cavité dotée de parois parfaitement conductrices, la composante perpendiculaire du champ magnétique n'est pas nulle à l'interface. Le calcul des fréquences de résonance reste basé sur un principe équivalent et prend là aussi comme point de départ l'équation 2.11. Il n'est cependant soluble que de manière numérique. D. Maystre, P. Vincent et J.C. Mage ont proposé une méthode numérique, basée sur la méthode de Haki Coleman, permettant de calculer les fréquences de résonance dans le cas d'un résonateur placé entre deux parois conductrices [40, 51]. C'est cette méthode qui a été utilisée pour le calcul de la fréquence du résonateur utilisé dans le travail présent.

2.1.4 Extraction du facteur de qualité par la mesure des paramètres S

Nous souhaitons mesurer l'impédance de l'ensemble supraconducteur, résonateur diélectrique. Lorsque la fréquence du champ électromagnétique avoisine la fréquence de résonance f_0 , l'ensemble est assimilable à un circuit RLC [45] où la résistance R provient du film supraconducteur et où L et C sont l'inductance et la capacité équivalente de la cavité résonante (résonateur diélectrique) (figure 2.4).

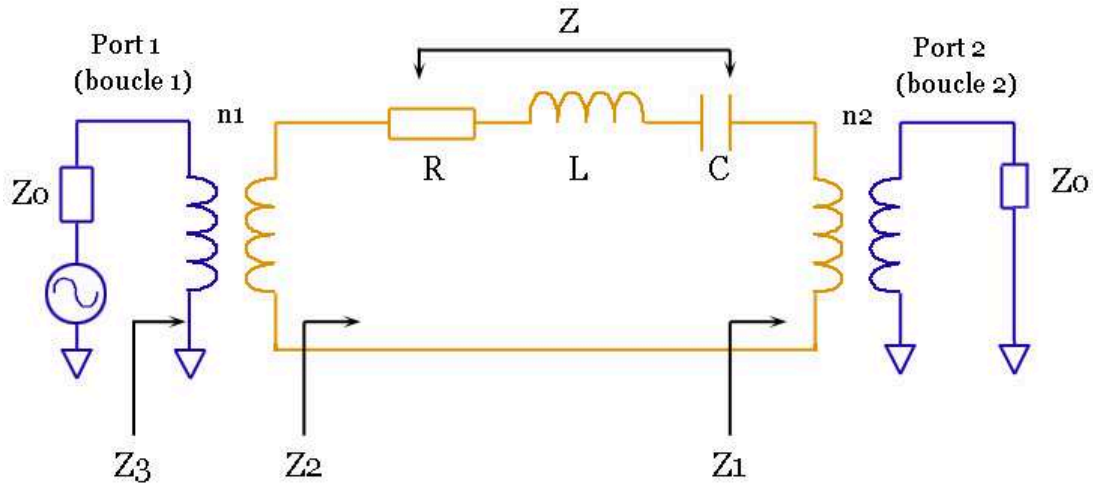


FIGURE 2.4 – Schéma électrique équivalent d'un résonateur diélectrique posé sur une couche supraconductrice en mode transmission, le signal est émis du port 1 et reçu par le port 2.

Ce circuit résonant est couplé à l'extérieur via des ports d'entrée et de sortie modélisés par une inductance en série avec une impédance Z_0 . La fréquence de résonance f_0 est égale à $\frac{1}{2\pi\sqrt{LC}}$ et est une fonction du couplage du résonateur avec les boucles d'entrée et de sortie. Les transformateurs de rapport n_1 et n_2 représentent ce couplage. Ce circuit présente à la fréquence f_0 un facteur de qualité Q_0 , appelé facteur de qualité à vide $Q_0 = \omega_0 \frac{L}{R}$. Q_0 est une mesure des pertes du résonateur. Pour les évaluer il faut accéder à Q_0 , à partir des mesures de paramètre S .

L'impédance totale de l'ensemble supraconducteur, résonateur s'écrit :

$$Z = R + j\omega L + \frac{1}{j\omega C} \quad (2.17)$$

$$Z = R \left[1 + j\omega \frac{L}{R} + \frac{1}{j\omega RC} \right] \quad (2.18)$$

$$Z = R \left[1 + j\omega \frac{L}{R} \left(1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2} \right) \right] \quad (2.19)$$

$$Z = R [1 + j \cdot Q_0 \cdot \Gamma(f)] \quad (2.20)$$

Avec $\Gamma(f)$ définie par :

$$\Gamma(f) = \frac{f}{f_0} - \frac{f_0}{f} = 2 \frac{f - f_0}{f_0} \left[\frac{1 + \frac{f-f_0}{2f_0}}{1 + \frac{f-f_0}{f_0}} \right] \quad (2.21)$$

qui autour de la fréquence de résonance, c'est à dire $|\frac{f-f_0}{f_0}| \ll 1$, se simplifie en

$$\Gamma(f) \simeq 2 \frac{f - f_0}{f_0} \quad (2.22)$$

D'après le modèle de la Figure 2.4, les impédances d'entrée Z_1 et de sortie Z_2 sont définies par :

$$Z_1 = Z_0 \cdot n_2^2 \quad (2.23)$$

$$Z_2 = Z_0 \cdot n_2^2 + R \cdot (1 + j \cdot Q_0 \cdot \Gamma(f)) \quad (2.24)$$

Il est possible dans ces conditions d'exprimer Z_3 vue par l'analyseur de réseaux :

$$Z_3 = \frac{Z_2}{n_1^2} = \frac{Z_0 \cdot n_2^2 + Z}{n_1^2} \quad (2.25)$$

Exprimé sous forme de paramètres S, on obtient :

$$\left\{ \begin{array}{l} S_{11}(f) = \frac{Z_3 - Z_0}{Z_3 + Z_0} = \frac{Z_0(n_2^2 - n_1^2) + Z}{Z_0(n_2^2 + n_1^2) + Z} \\ S_{21}(f) = S_{12}(f) = \frac{2Z_0 n_2 n_1}{Z_0(n_2^2 + n_1^2) + Z} \\ S_{22}(f) = \frac{Z_0(n_1^2 - n_2^2) + Z}{Z_0(n_2^2 + n_1^2) + Z} \end{array} \right. \quad (2.26)$$

Les constantes de couplage sont définies par :

$$\begin{cases} \beta_1 = n_1^2 \frac{Z_0}{R} \\ \beta_2 = n_2^2 \frac{Z_0}{R} \end{cases} \quad (2.27)$$

En remplaçant dans 2.26 on a :

$$\begin{cases} S_{11}(f) = \frac{1 - \beta_1 + \beta_2 + jQ_0\Delta(f)}{1 + \beta_1 + \beta_2 + jQ_0\Delta(f)} \\ S_{21}(f) = S_{12}(f) = \frac{2\sqrt{\beta_1\beta_2}}{1 + \beta_1 + \beta_2 + jQ_0\Delta(f)} \\ S_{11}(f) = \frac{1 - \beta_1 - \beta_2 + jQ_0\Delta(f)}{1 + \beta_1 + \beta_2 + jQ_0\Delta(f)} \end{cases} \quad (2.28)$$

Les paramètres S mesurés ne sont pas directement utilisables pour extraire le coefficient de qualité à vide Q_0 . Pour cela, il faut préalablement identifier β_1 β_2 puis les utiliser pour calculer Q_0 en fonction de Q_L , coefficient de qualité en charge. Si l'on tient compte des couplages aux ports d'accès, Q_L est défini par :

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_{port1}} + \frac{1}{Q_{port2}} \quad (2.29)$$

avec $Q_{port1} = Q_0/\beta_1$ et $Q_{port2} = Q_0/\beta_2$ soit :

$$Q_0 = Q_L \cdot (1 + \beta_1 + \beta_2) \quad (2.30)$$

D'autre part, en calculant l'équation 2.28 à la fréquence f_0 , il vient :

$$\begin{cases} S_{11}(f_0) = \frac{1 - \beta_1 + \beta_2}{1 + \beta_1 + \beta_2}(a) \\ S_{21}(f_0) = S_{12}(f_0) = \frac{2\sqrt{\beta_1\beta_2}}{1 + \beta_1 + \beta_2}(b) \\ S_{22}(f_0) = \frac{1 + \beta_1 - \beta_2}{1 + \beta_1 + \beta_2}(c) \end{cases} \quad (2.31)$$

A partir des mesures des paramètres S à la fréquence de résonance f_0 , on peut déterminer les coefficients de couplage β_1 et β_2 . Les trois équations 2.31 (a),(b) et (c) possèdent 2 inconnues. Il est alors possible d'extraire β_1 et β_2 de différentes façons :

$$2.27 \text{ (a) et (b) donnent } \begin{cases} \beta_1 = \frac{(1 - S_{11}(f_0))^2}{1 - S_{11}(f_0)^2 - S_{21}(f_0)^2} \\ \beta_2 = \frac{S_{21}(f_0)^2}{1 - S_{11}(f_0)^2 - S_{21}(f_0)^2} \end{cases} \quad (2.32)$$

$$2.27 \text{ (a) et (c) donnent } \begin{cases} \beta_1 = \frac{(1 - S_{11}(f_0))}{S_{11}(f_0) + S_{22}(f_0)} \\ \beta_2 = \frac{(1 - S_{22}(f_0))}{S_{11}(f_0) + S_{22}(f_0)} \end{cases} \quad (2.33)$$

$$2.27 \text{ (b) et (c) donnent } \begin{cases} \beta_1 = \frac{S_{12}(f_0)^2}{1 - S_{22}(f_0)^2 - S_{12}(f_0)^2} \\ \beta_2 = \frac{(1 - S_{22}(f_0))^2}{1 - S_{22}(f_0)^2 - S_{12}(f_0)^2} \end{cases} \quad (2.34)$$

En manipulant les équations 2.24 avec 2.26 et 2.27, on exprime les paramètres $S_{ij}(f)$ autour de la fréquence de résonance en fonction des quatre mesures $S_{ij}(f_0)$ à la résonance et du coefficient de qualité en charge Q_L , toutes ces grandeurs étant facilement accessibles à la mesure. On obtient

$$\begin{cases} S_{11}(f) = \frac{S_{11}(f_0) + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)}{1 + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)} \\ S_{21}(f) = S_{12}(f) = \frac{S_{21}(f_0)}{1 + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)} = \frac{S_{12}(f_0)}{1 + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)} \\ S_{22}(f) = \frac{S_{22}(f_0) + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)}{1 + j \cdot Q_L \cdot \Delta(f)} \end{cases} \quad (2.35)$$

Dans ces conditions, la mesure de Q_L est habituellement déterminée par la mesure de la bande passante à -3dB de $|S_{21}(f)|$, en effet :

$$|S_{21}(f)| = \frac{|S_{21}(f_0)|}{\sqrt{1 + Q_L^2 \cdot \Delta(f)^2}} \quad (2.36)$$

Sur la courbe $S_{21}(f)$, on choisit f_{-3dB} telle que $|S_{21}(f_{-3dB})| = \frac{|S_{21}(f_0)|}{\sqrt{2}}$ et on obtient immédiatement selon les équations 2.28 et 2.30 :

$$Q_L = \frac{1}{\Delta(f_{-3dB})} = \left(\frac{f_{-3db}}{f_0} - \frac{f_0}{f_{-3db}} \right)^{-1} \simeq \frac{f_0}{2 \cdot (f_{-3dB} - f_0)} \quad (2.37)$$

En résumé, pour déterminer Q_0 à partir des mesures de $S_{21}(f)$ autour de la résonance f_0 [46, 49], il s'agit de mesurer dans un premier temps le coefficient de qualité en charge Q_L par l'équation 2.37, puis les coefficients de couplage β_1 et β_2 par les équations 2.32, 2.33 ou 2.34 qui permettent d'exprimer Q_0 selon l'équation 1.12, soit $Q_0 = Q_L \cdot (1 + \beta_1 + \beta_2)$.

2.2 Choix du diélectrique

Il existe un grand nombre de matériaux diélectriques pouvant être utilisés pour réaliser un résonateur (Figure 2.5). Il s'agit le plus souvent d'oxydes mixtes sélectionnés en fonction de leurs propriétés physiques.

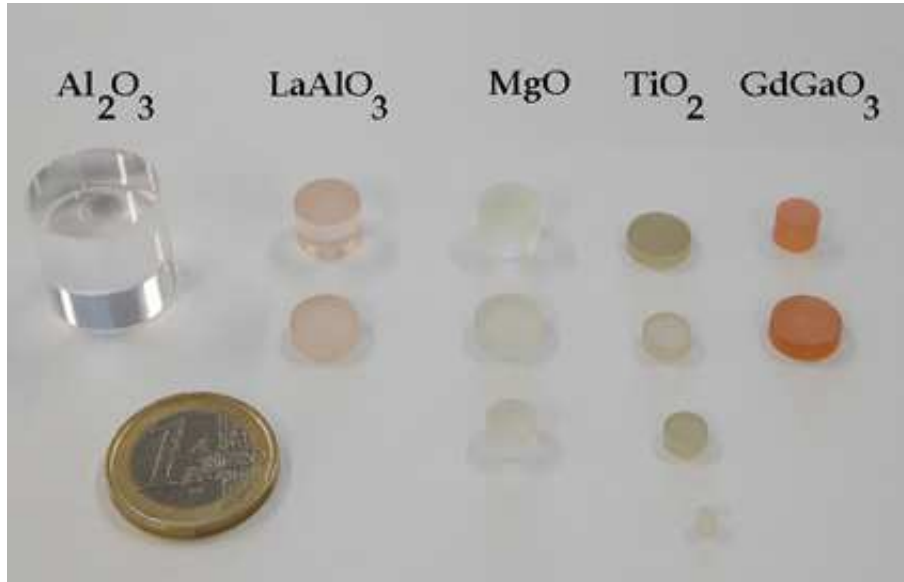


FIGURE 2.5 – Exemple de résonateurs diélectriques de différentes compositions : saphir, Al_2O_3 , MgO , TiO_2 et $GdGaO_3$ pour des fréquences de résonances allant de 5 GHz (saphir) à 10 GHz (plus petit des résonateurs TiO_2)

Le paramètre prépondérant déterminant l'adéquation d'un résonateur comme sonde pour la mesure de l'impédance de surface est le facteur de dissipation ou tangente de perte ($\tan\delta$) associé au diélectrique utilisé. La tangente de perte est définie comme le rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle de la constante diélectrique (ϵ), et traduit la dissipation d'énergie dans le diélectrique lorsqu'une onde électromagnétique est appliquée. Elle doit par conséquent être aussi faible que possible pour n'apparaître qu'en tant qu'une légère correction lors de la détermination de l'impédance de surface. Le diélectrique Al_2O_3 (saphir) est le matériau le plus utilisé pour la mesure de l'impédance de surface de couches minces supraconductrices. L'oxyde de magnésium MgO est une alternative et présente sensiblement la même valeur de $\tan\delta$: $\tan\delta_{Al_2O_3} = 5.10^{-7}$, $\tan\delta_{MgO} = 6.10^{-7}$. Le second paramètre important est la norme de la constante diélectrique (ϵ), dont la valeur détermine l'épanouissement de l'onde électromagnétique autour du résonateur. Le

saphir et l'oxyde de Magnésium présentent des valeurs de ϵ voisines, $\epsilon_{Al_2O_3} = 9.3$ et $\epsilon_{MgO} = 9.67$ [50, 54]. Plus la constante diélectrique est élevée, plus les lignes de champ électromagnétique sont concentrés, limitant ainsi les pertes par rayonnement.

De par leurs très faibles valeurs de tangente de perte, Al_2O_3 et MgO semblent à priori des bons choix pour réaliser des mesures d'impédance de surface. Or ces matériaux présentent des valeurs de constante diélectrique relativement faibles. Le champ magnétique est dans ce cas relativement peu concentré autour du résonateur. Les pertes par rayonnement sont très importantes si la face qui ne se trouve pas en contact avec l'échantillon reste libre. La solution serait de placer le résonateur entre deux couches supraconductrices, l'une étant la couche à mesurer et l'autre une couche de confinement considérée comme référence. Cette configuration souffre du problème de stabilité de la référence. Les contraintes mécaniques, les cycles thermiques peuvent endommager cette dernière. Nous avons choisi d'utiliser le dioxyde de titane dans sa phase rutile. Celui-ci présente une constante diélectrique dix fois supérieure au saphir ($\epsilon_{TiO_2} = 105$ @ 77K) [52] permettant de s'affranchir d'une couche supplémentaire. La tangente de perte du rutile est cependant plus élevée que dans le cas du saphir ($\tan\delta_{TiO_2} = 9.5 \times 10^{-6}$) mais reste néanmoins assez faible pour n'être qu'une correction dans la détermination de l'impédance de surface.

2.3 Protocole expérimental

2.3.1 Mesures en mode transmission

2.3.1.1 Dispositif expérimental

Le mode de mesure en transmission est utilisé pour une évaluation rapide de la résistance de surface d'un échantillon. Il s'effectue à température et puissance micro-onde fixe (très bas niveau de puissance). Le critère d'utilisation d'une couche mince supraconductrice pour la réalisation de dispositifs étant une faible résistance de surface, ce banc est principalement utilisé comme outil de contrôle qualité.

Le résonateur diélectrique est excité par deux boucles de couplage reliées aux ports d'un analyseur vectoriel et placées de part et d'autre du résonateur de la manière la plus symétrique possible. Les boucles de couplage sont fabriquées à la main à partir d'un câble coaxial semi-rigide et d'un ruban d'argent reliant, à l'extrémité, l'âme centrale au blindage du câble.

Ces antennes permettent d'appliquer au résonateur le signal hyperfréquence sous la forme d'un champ électromagnétique variable sur une très large gamme de fréquence. L'orientation ainsi que la distance des antennes par rapport au résonateur jouent un rôle important en ce qui concerne la bonne qualité des mesures. En effet le mode de résonance utilisé pour le résonateur diélectrique (TE_{011}) impose que le plan dans lequel se trouvent les antennes soit orienté parallèlement à un plan tangent du résonateur de manière à obtenir un couplage efficace (Figure 2.6).

La distance entre les antennes et le résonateur détermine quand à elle la puissance reçue par le résonateur. On peut définir deux régimes de couplage, le régime sous-couplé et le régime sur-couplé. Ces deux régimes sont caractérisés par le fait que la puissance reçue par le résonateur est inférieure à celle émise par l'antenne. Il existe une configuration où la différence entre puissance émise et puissance reçue est nulle, on parle alors de couplage critique. De manière pratique, le régime de couplage s'ajuste en modifiant la distance entre les boucles et le résonateur. Le régime sous-

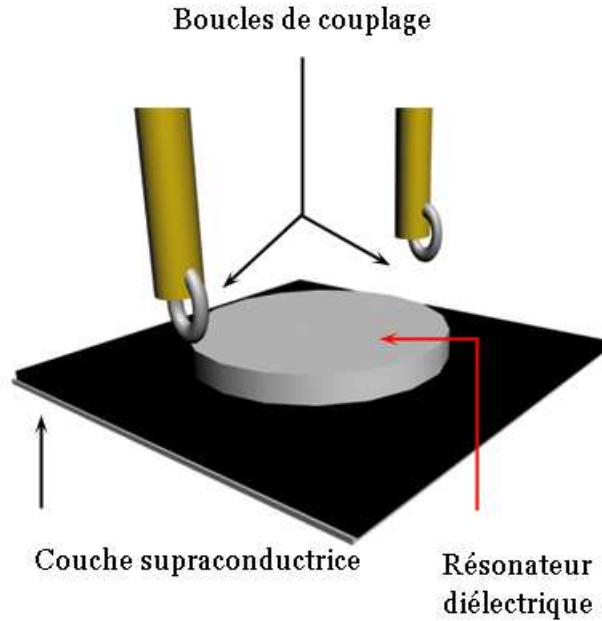


FIGURE 2.6 – Représentation schématique du principe de mesure de l'impédance de surface des couches minces supraconductrices en mode transmission.

couplé s'obtient en augmentant, par rapport à la position de couplage critique, la distance avec le résonateur. La puissance reçue diminue avec la distance. Le régime sur-couplé s'obtient quant à lui en diminuant, toujours à partir du couplage critique, la distance avec le résonateur. Si le régime de sous-couplage peut tout à fait être utilisé pour effectuer des mesures très basses puissance, le régime de sur-couplage doit absolument être évité à cause de la perturbation de la résonance induite par la proximité de la boucle de couplage.

Dans notre dispositif (Figure 2.7), les deux antennes sont installées de manière non-ajustable sur le couvercle d'une cavité cylindrique en cuivre et assez éloignées du résonateur pour se trouver dans le régime sous-couplé. On injecte ainsi qu'un faible niveau de puissance au niveau du résonateur et donc au supraconducteur. La cavité en cuivre joue, d'une part, le rôle de tête froide servant à refroidir l'ensemble, et d'autre part, permet au système en cours d'étude de se trouver dans un environnement électromagnétique isolé des perturbations extérieures.

Une fois l'échantillon et le résonateur placés en position centrale entre les deux antennes, la cavité est fermée et plongée dans un bain d'azote liquide. Afin d'éviter toute pénétration d'azote dans la cavité, une surpression d'hélium gazeux est appliquée dans la cavité. Il est très vite apparu que la stabilité en température de l'ensemble était primordiale pour le bon déroulement des mesures. Ainsi avant d'arriver dans la cavité, le flux d'hélium est préalablement refroidi dans un bain annexe d'azote liquide afin d'enrailler au mieux une possible dérive en température.

Les matériaux supraconducteurs étant d'assez mauvais conducteurs dans leur état normal, la résonance est difficilement observable au-dessus de la température de transition normal / supraconducteur. Une fois la température stabilisée en-dessous de la température critique (T_c), le résonateur diélectrique entre en résonance à une

Banc de mesure d'impédance de surface en transmission

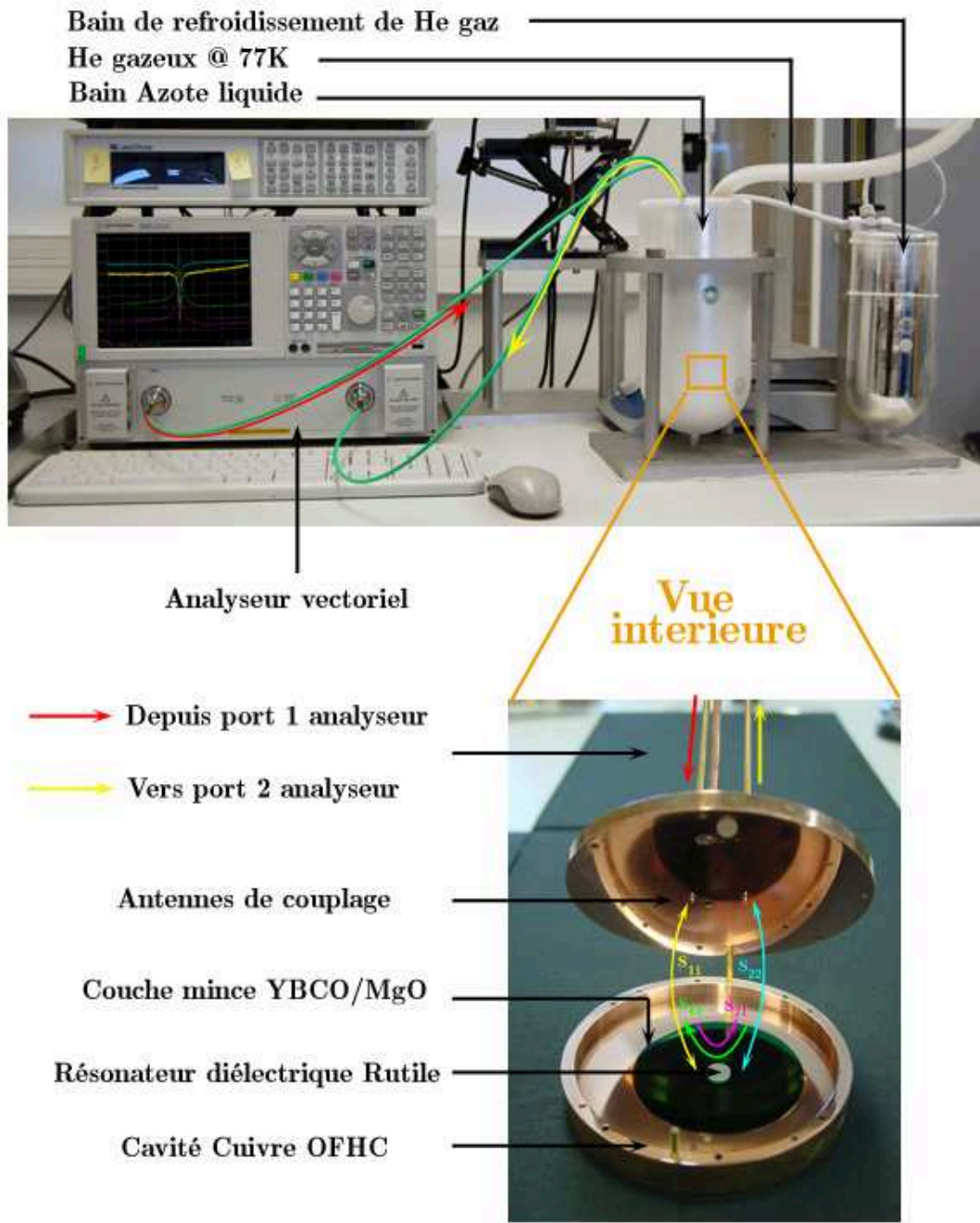


FIGURE 2.7 – Vue d'ensemble du banc de mesure d'impédance de surface en mode transmission et vue détaillée de la cavité de mesure en cuivre où l'on distingue les deux boucles de couplage

fréquence f_0 située aux alentours de 9,98 GHz à 77 K. Le niveau de puissance est alors ajusté au plus bas, -20 dBm. La mesure de Z_s consiste dans un premier temps à relever simultanément l'allure des quatre paramètres S (S_{11} , S_{12} , S_{21} et S_{22}) par le biais d'un analyseur vectoriel dont les ports d'entrée et de sortie sont reliés aux boucles de

couplage. La Figure 2.8 représente l'écran de l'analyseur mesurant simultanément les quatre paramètres S . Les courbes rose et verte correspondent respectivement aux paramètres S_{12} et S_{21} alors que les courbes jaune et bleue correspondent aux paramètres de réflexion S_{11} et S_{22} .

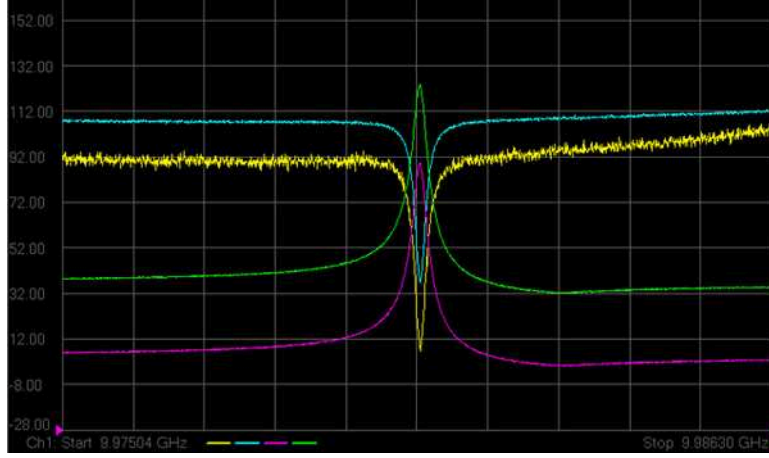


FIGURE 2.8 – Capture d'écran de l'analyseur lors d'une mesure en transmission

2.3.1.2 Détermination de la résistance de surface

Le coefficient de qualité en charge est déterminé par la mesure de la bande passante à -3dB sur l'un des deux paramètres de transmission S_{12} ou S_{21} (équation 2.26) et par la mesure de la fréquence de résonance f_0 . Remonter au coefficient de qualité à vide (équation 2.30) nécessite la détermination des constantes de couplage entre le résonateur et les boucles de couplage 1 (β_1) et 2 (β_2). Les équations 2.32, 2.33 et 2.34 sont utilisées pour ce calcul. Il devient alors possible d'accéder au coefficient de qualité à vide par $Q_0 = Q_L \cdot (1 + \beta_1 + \beta_2)$. Q_0 est en fait une mesure des pertes dans le résonateur, c'est à partir de ce coefficient que la résistance de surface de la couche mince supraconductrice en cours d'étude est calculée. La valeur de Q_0 résulte d'une somme de plusieurs contributions, les pertes dans le diélectrique ($\tan\delta_{TiO_2}$), dans le cuivre de la cavité ($R_{S_{cuivre}}$) et, c'est le paramètre qui nous intéresse, les pertes dans le supraconducteur ($R_{S_{supra}}$). Cela se traduit sous la forme suivante :

$$\frac{1}{Q_0} = \frac{1}{Q_{0_{TiO_2}}} + \frac{1}{Q_{0_{Cu}}} + \frac{1}{Q_{0_{Supra}}} \quad (2.38)$$

$$\frac{1}{Q_0} = A \tan\delta_{TiO_2} + B R_{S_{cuivre}} + C R_{S_{supra}} \quad (2.39)$$

Et finalement

$$R_{S_{supra}} = \frac{1}{C} \left(\frac{1}{Q_0} - A \tan\delta_{TiO_2} - B R_{S_{cuivre}} \right), \quad (2.40)$$

où A, B et C sont des paramètres liés à la géométrie de la cavité en cuivre. Ces paramètres sont déterminés par simulation numériques à l'aide du logiciel d'analyse haute fréquence HFSS. A 77 K et 9,9 GHz $\tan\delta_{TiO_2} = 9.50 \times 10^{-6}$ et $R_{S_{Cuivre}} = 1.15 \times 10^{-2} m\Omega$. En pratique, le calcul de $R_{S_{Supra}}$ est réalisé de manière automatique grâce à un code informatique écrit sous SciLab, intégrant les équations précédemment citées. Il suffit d'enregistrer les 4 paramètres S pour obtenir la valeur de la résistance de surface.

2.3.2 Mesures en mode réflexion

Utiliser le mode de mesure en transmission pour l'étude de l'impédance de surface en fonction de différents paramètres tels que la température, la puissance micro-onde ou bien encore du champ magnétique appliqué peut s'avérer relativement fastidieux à cause de la variation des constantes de couplage entre le résonateur et les antennes avec les paramètres précédemment cités. Cette variation ajoutée au fait de se trouver en régime sous-couplé entraîne une forte incertitude sur le niveau de puissance réelle. Une solution est de n'utiliser qu'une seule antenne et d'avoir la possibilité d'ajuster sa position par rapport au résonateur. Maintenir le couplage constant est alors possible durant toute la durée de l'expérience. Les mesures s'effectuent en mode réflexion.

2.3.2.1 Dispositif expérimental

Le comportement de l'impédance de surface en fonction de la puissance micro-onde, de la température et du champ magnétique a été étudié en utilisant le mode de mesure en réflexion dans le régime de couplage critique. Le banc de mesure présenté dans la suite de ce chapitre a été entièrement conçu et monté au cours de cette thèse.

Une enceinte sous vide (10^{-5} mbar) disposant d'un volume interne important a été utilisée pour y incorporer tout les éléments nécessaires à la fabrication d'un cryostat répondant aux exigences de stabilité en température et de compatibilité avec l'exposition des couches minces aux ondes hyperfréquences. Le vide est assuré par un double étage de pompage constitué d'une pompe primaire à membrane, et d'une pompe turbo moléculaire permettant d'atteindre un niveau de pression à température ambiante de l'ordre de 5.10^{-5} m bar. La Figure 2.10 présente le banc de mesure dans son ensemble. Une cavité en cuivre (OFHC) de dimension similaire à celle utilisée pour les mesures en transmission, est montée sur le doigt froid d'un cryogénérateur de type Gifford-Mc Mahon, placé sous l'enceinte ultra-vide. En plus d'assurer un environnement électromagnétique assez peu perturbé pour effectuer les mesures, la cavité sert aussi de tête froide sur laquelle les éléments en cours de mesure sont disposés. La cavité est pendant les manipulations fermée par un couvercle en cuivre. La puissance de froid fournie par le cryogénérateur, tout comme la masse relativement importante de la cavité en cuivre, limite à 25 K la température minimale pouvant être atteinte. La température est mesurée par le biais d'une sonde cylindrique en platine, insérée dans le corps de la tête froide. Quatre blocs de chauffages sont disposés de manière symétrique sur l'envers de la cavité. La sonde de mesure de la température et les blocs de chauffage sont connectés à un régulateur de température LakeShore 340. Une fois l'ajustement précis des paramètres PID (Proportionnel, Intégrale, Dérivée) effectué, la variation en température ne dépasse pas 1 m K. Le couplage entre la boucle et le résonateur

peut être ajusté de manière très précise par l'intermédiaire d'un bras manipulateur relié à l'extérieur du cryostat à trois platines de translation de type micro contrôle pour un déplacement dans les trois directions spatiales.

La boucle de couplage est connectée via plusieurs câbles coaxiaux aux ports d'entrée et de sortie d'un analyseur de réseau vectoriel (Agilent E8364B). La Figure 2.9 décrit le schéma de principe du dispositif d'un point de vue circuit hyperfréquence.

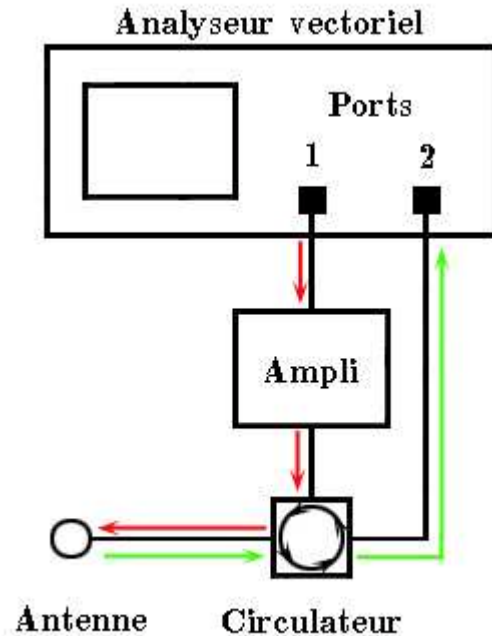


FIGURE 2.9 – Schémas de principe du mode de mesure en réflexion utilisant les deux ports de l'analyseur

Le mode de mesure est le mode réflexion, la façon la plus simple de procéder étant de connecter la boucle de couplage au port 1 de l'analyseur et de sélectionner la mesure du paramètre S_{11} . Ce type d'analyseur permet de générer une puissance d'environ 10 dBm sur une gamme de fréquence allant de 40 MHz à 40 GHz. Dans le but de disposer de davantage de puissance, un amplificateur micro-onde, bande passante 20 MHz-20 GHz, est installé à la sortie du port 1 de l'analyseur permettant une amplification fixe de 20 dBm. Mesurer le pic d'absorption du résonateur via le paramètre S_{11} à travers l'amplificateur n'est alors plus possible. La solution est de disposer à la sortie de l'amplificateur un circulateur afin de rediriger le signal réfléchi non plus sur le port 1 mais sur le port 2 de l'analyseur. Il reste à sélectionner la mesure du paramètre S_{12} pour accéder au pic d'absorption du résonateur. Bien que l'on mesure le paramètre S_{12} (paramètre de transmission) il est toujours question de mesure en réflexion.

Comme il a été décrit précédemment, les mesures d'impédance de surface sont réalisées à l'intérieur d'une cavité métallique (cuivre), ce qui limite les pertes par absorption éventuellement dues à d'autres éléments moins bons conducteurs présents dans le cryostat, en confinant le champ hyperfréquence dans une petite région de l'espace (celui de la cavité). L'inconvénient est qu'un "taux d'onde stationnaire" (TOS) s'installe au sein des câbles co-axiaux ce qui engendre une erreur non négligeable sur les mesures, si certaines précautions ne sont pas prises.

Banc de mesure d'impédance de surface en réflexion

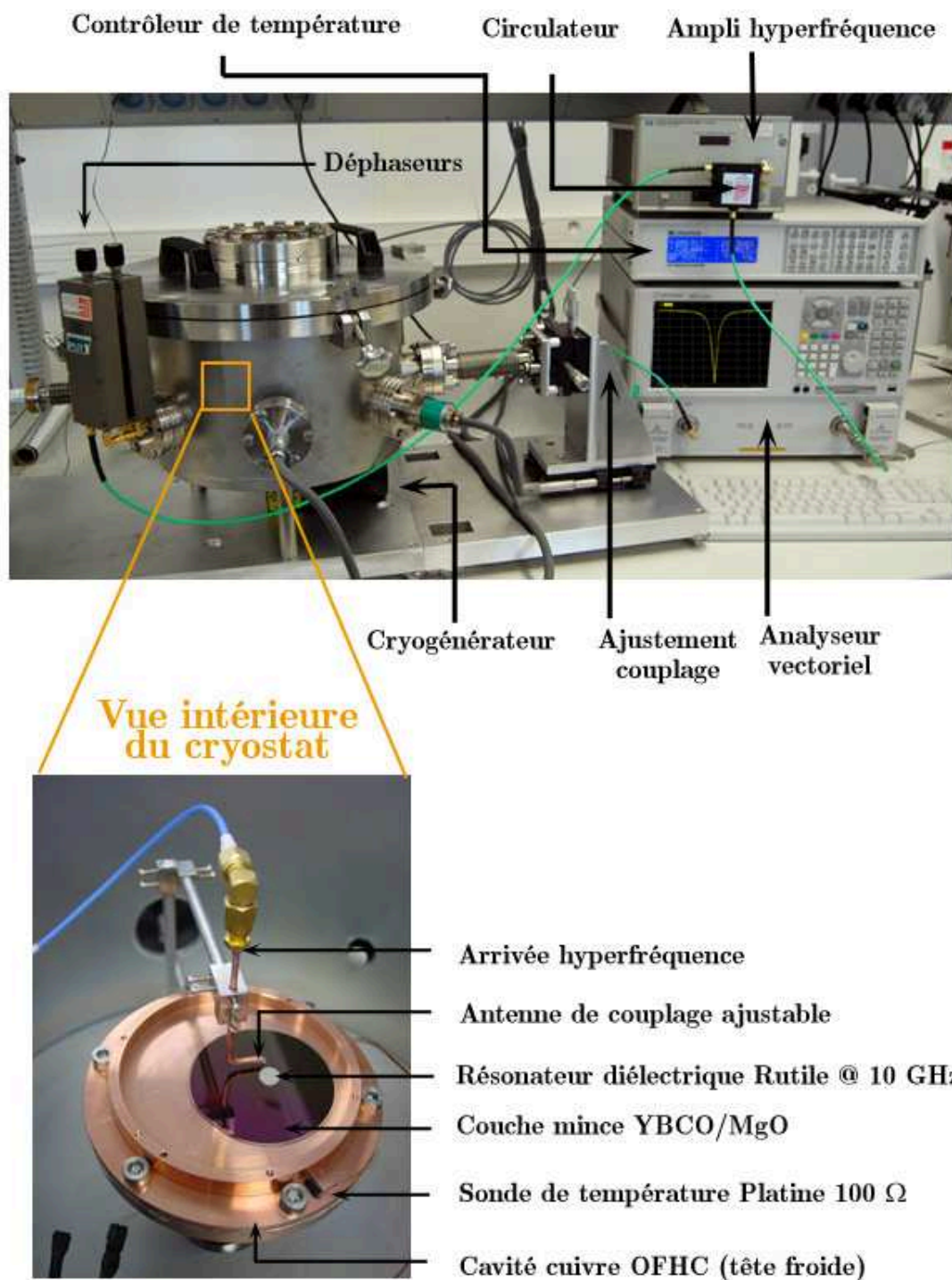


FIGURE 2.10 – Vue d'ensemble du banc de mesure d'impédance de surface en mode réflexion et vue détaillée de la cavité de mesure

La Figure 2.11(a) illustre l'importance que prend le taux d'onde stationnaire proche du pic de résonance du résonateur diélectrique lors d'une mesure. La forme est en grande partie déterminée par la longueur des câbles utilisés, mais est aussi fonction de l'agencement des différents éléments présents dans la cavité (boucle,

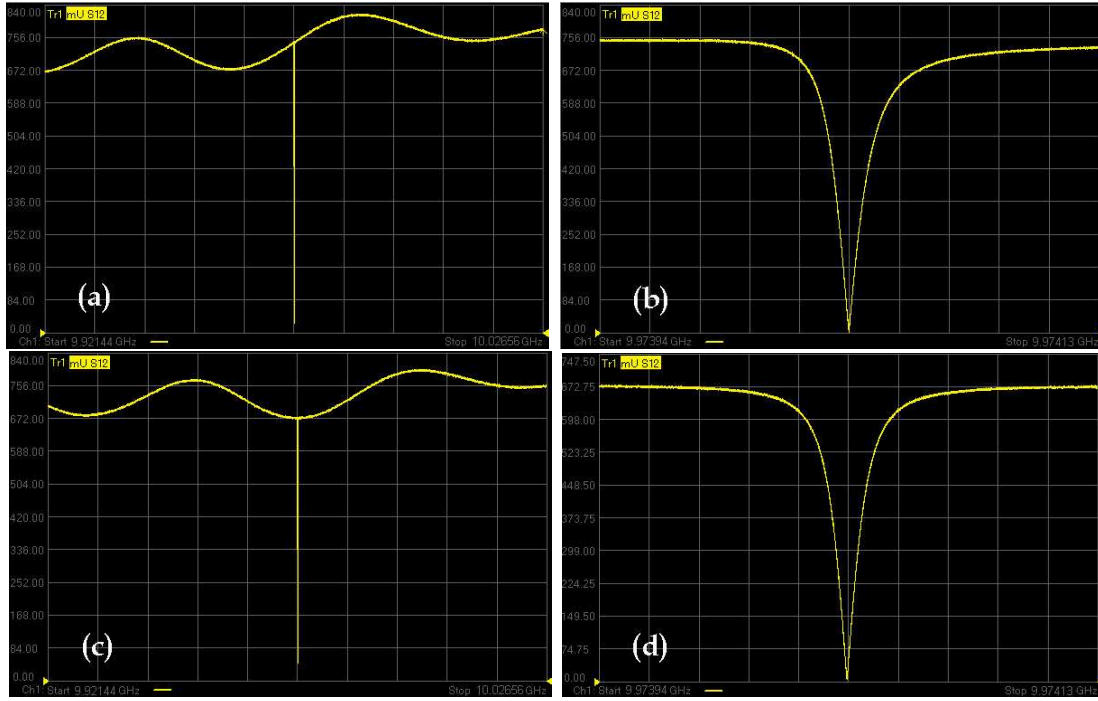


FIGURE 2.11 – Capture d’écran de l’analyseur vectoriel. (a) position du pic de résonance dans le TOS non ajusté et zoom (b) laissant apparaître la déformation. (c) position du pic de résonance dans le TOS ajusté et zoom (d) faisant apparaître un pic non déformé

résonateur échantillon). Lorsque que l’on diminue la fenêtre d’observation (Figure 2.11(b)), il apparaît nettement que le pic se trouve déformé (non symétrique) en raison de la présence d’une zone à évolution rapide du TOS. Cette déformation engendre le plus généralement une surestimation de la largeur du pic de résonance faussant ainsi la valeur déduite de l’impédance de surface. La solution est de déplacer le taux d’onde stationnaire afin de faire coïncider le pic de résonance avec une zone moins perturbée du taux d’onde stationnaire. Une idée évidente est d’intervenir sur la longueur des câbles. Or ceci s’avère difficilement réalisable, car la longueur est fixée par l’agencement du banc de mesure. De plus l’installation de l’échantillon ne se fait jamais de façon strictement identique. On doit donc disposer d’un système d’ajustement du TOS. La solution est d’installer un déphaseur réglable à l’entrée du cryostat pour modifier la phase du signal et donc la position du TOS. La Figure 2.11(c)(d) illustre la position du pic dans le taux d’onde stationnaire ajusté. Il est en général préférable de réaliser l’ajustement de façon à ce que le pic de résonance coïncide avec un minimum en raison d’une légère tendance à l’élargissement lorsque ce dernier coïncide avec un maximum.

2.3.2.2 Détermination de la résistance de surface

La détermination du facteur de qualité en mode réflexion suit une logique semblable au cas de la mesure en transmission. La différence majeure étant que le système est maintenant assimilable à un système à un port seulement. On a donc :

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_O} + \frac{1}{Q_{port1}} \quad (2.41)$$

soit :

$$Q_0 = Q_L \cdot (1 + \beta_1) \quad (2.42)$$

Nous avons choisi d'utiliser ce mode de mesure pour la simplicité de la détermination de la constante de couplage. Pouvoir ajuster la position de la boucle par rapport au résonateur permet, en plus de conserver le couplage constant durant la durée de l'expérience, de lui imposer sa valeur. En effet si on se place au couplage critique (absorption complète de l'énergie par le résonateur à la fréquence f_0) la constante de couplage est égale à 1 on a alors,

$$Q_0 = 2 \cdot Q_L \quad (2.43)$$

Q_L peut être déterminé de manière directe à partir du coefficient de réflexion S_{11} ,

$$Q_L = \frac{f_2 - f_1}{f_0}, \quad (2.44)$$

où f_2 et f_1 sont les fréquences à mi-hauteur résultant de :

$$|S_{11}(f_{1,2})|^2 = \frac{|S_{11}(f_0)|^2 + 1}{2}. \quad (2.45)$$

Le calcul de la résistance de surface reste identique au cas précédent, le code informatique utilisé pour le calcul prend aussi en compte la dérive en température de $\tan\delta_{TiO_2}$ et de la résistance de surface du cuivre.

2.4 Conclusions

Nous avons choisi la méthode du résonateur diélectrique pour étudier l'impédance de surface des films minces $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Cette méthode présente l'avantage d'avoir été et d'être toujours très utilisée par de nombreux groupes, permettant une confrontation directe des résultats. De plus, le laboratoire UMR 137 CNRS/THALES (anciennement Thomson CSF LCR) possède une expertise historique dans le domaine des résonateurs diélectriques. Nous verrons au chapitre suivant que ces connaissances se sont avérées déterminantes dans le choix du diélectrique et l'interprétation des résultats expérimentaux. C'est en partie pour sa forte constante diélectrique que le rutile a été choisi. La fréquence d'étude de 10 GHz permet quant à elle de se trouver pleinement dans le domaine des fréquences micro-onde et de réaliser facilement la mise en forme du résonateur. Dans un premier temps le dispositif déjà installé, servant à mesurer l'impédance de surface en mode transmission à 77 K, a été optimisé afin d'améliorer sa stabilité en température. Dans une perspective d'élargissement du domaine d'investigation, en ce basant sur le protocole de mesure déjà existant, un banc cryogénique pour l'étude de l'impédance de surface en fonction de la température et de la puissance micro-onde, a été entièrement conçu et installé au laboratoire UMR 137 CNRS/THALES.

Chapitre 3

Résistance de surface des films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

3.1 Introduction

La résistance de surface R_s des matériaux supraconducteurs présente une forte dépendance à la puissance injectée P_{rf} d'un champ hyperfréquence appliqué. Un comportement non linéaire est observé au-dessus d'une certaine valeur seuil de P_{rf} . Ces non-linéarités entraînent d'importantes pertes micro-onde, caractérisées, par exemple, par une décroissance du facteur de qualité Q_0 et par une variation de la fréquence de résonance f_0 d'un résonateur diélectrique posé sur un supraconducteur [55, 59].

Ce phénomène a été étudié par plusieurs groupes, par la dite méthode du résonateur diélectrique ainsi que par des mesures sur des résonateurs supraconducteurs. En dépit de nombreuses études expérimentales, l'origine physique des phénomènes non-linéaires est toujours sujette à débat et reste d'actualité [62, 73]. Une manière simple de différencier les mécanismes responsables des pertes hyperfréquences est l'examen d'une quantité appelée le paramètre r [74]. Cette quantité est définie comme le rapport entre la variation en fonction du champ magnétique hyperfréquence de la réactance de surface $\Delta X_s(H_{rf})$, et celle de la résistance de surface $\Delta R_s(H_{rf})$,

$$r = \frac{\Delta X_s(H_{rf})}{\Delta R_s(H_{rf})} \quad (3.1)$$

Le tableau 2.1 donne un aperçu des mécanismes potentiellement responsables du comportement non-linéaire de l'impédance de surface [74, 77].

En premier lieu il y a le comportement non-linéaire intrinsèque lié à la brisure des paires de Cooper [78, 79]. Les non-linéarités sont dans ce cas liées à l'augmentation de la densité de quasi-particules lorsque la densité de courant induite par le champ $r f$ devient comparable à la densité de courant de brisure de paire. Cette possibilité a été prédite et étudiée, en utilisant une expression phénoménologique de la longueur de pénétration. Dans ce cadre, on prédit un paramètre r petit et fortement dépendant

Mécanismes	Références	$R_s(P_{rf})$ et $X_s(P_{rf})$	r	$r(T)$	$r(f)$.
Linéarités intrinsèques	[78, 79]	$\propto H_{rf}^2$ à basse puissance	10^{-2}	augmente avec T	$\propto \omega$
brisure de paire		$\propto H_{rf}^4$ à haute puissance			
Modèle de gains faiblement couplés	[80, 82]	$\propto H_{rf}^2$	10^{-3}	augmente avec T	$\propto \omega$
Vortex dans les liens faibles	[83, 85]	$\propto H_{rf}$	≤ 1	Indép.	Indép.
Pénétration de vortex dans les grains	[83, 85]	$\propto H_{rf}^n$ $n \sim 4$	const ~ 1	Indép.	Indép.
Échauffement global	[86, 89]	$\propto H_{rf}^2$	10^{-2}	augmente avec T	$\propto \omega$
Échauffement local	[86, 89]	Inconnu	$\simeq 1$	Indép.	Indép.

TABLE 3.1 – Revue des mécanismes potentiellement responsables des phénomènes non linéaires .

de la fréquence. Ces caractéristiques n'ont pas été observées expérimentalement. Les pertes hystériques ont aussi été évoquées [83, 85]. Le modèle de grains couplés soutient que l'importante résistance de surface des céramiques supraconducteurs à haute température critique, fortement granulaires, en comparaison aux mono cristaux, peut être expliquée par une différence de morphologie. Les échantillons polycristallins sont, dans ce cadre, décrits comme des réseaux de jonctions Josephson [80, 82]. Un comportement non-linéaire est attendu lorsque la densité de courant hyperfréquence se trouve limité par la densité de courant critique des jonctions Josephson. Dans le cas de couches minces granulaires, ce scénario décrit assez bien la dissipation non-linéaires; or, il ne rend pas compte du comportement de films épitaxiés. La pénétration et la reptation de vortex au sein des joints de grain et/ou liens faibles sont aussi envisagées [83, 85]. La génération de vortex par le champ magnétique hyperfréquence à été prédite et le modèle de Bean étendu pour prendre en compte les non -linéarités en régime micro-onde. La dépendance de R_s sur X_s est, dans ce cas, quasi-linéaire. Les données expérimentales présentent un bon accord avec ce modèle. L'ultime effet possible permettant d'explicitier le comportement non-linéaire est l'échauffement, local ou uniforme [86, 89]. Cet effet apparaît dans le domaine des fréquences micro-onde, plus particulièrement en mode CW (continuous wave), mais aussi en mode pulsé, en fonction du temps de balayage. L'échauffement devient effectif au-dessus d'une certaine valeur de puissance hyperfréquence et induit une transition vers l'état normal de zones faiblement supraconductrices comme les liens faibles ou des défauts localisés. Le transfert de chaleur à travers le substrat semble jouer un rôle important.

3.2 Dépôt et caractérisation des films minces supraconducteurs

Nous avons, au cours de ce travail, caractérisé la résistance de surface et ses variations de trois films minces supraconducteurs $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Le premier, noté SY211, est un film $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ d'une épaisseur de 400 nm déposé sur un substrat de MgO d'une épaisseur de 500 μm . Le second, TM_{MgO} est un film $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ d'une épaisseur de 700 nm déposé sur un substrat de MgO d'une épaisseur de 500 μm . Le dernier, TM_{LAO} est un film $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ d'une épaisseur de 700 nm déposé sur un substrat de LaAlO_3 d'une épaisseur de 500 μm .

3.2.1 Structure cristalline du composé $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Le matériau $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ fait partie de la famille $(\text{TR})\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, les cuprates, où TR est un élément de la famille des terres rares. Ces composés présentent

une structure cristallographique de type pérovskite. Ils possèdent une structure lamellaire selon l'axe c , composée de plans CuO_2 , sièges de la supraconductivité, en alternance avec des plans isolants, dont l'oxygénation contrôle la densité de porteur au sein des plans CuO_2 . Dans le cas particulier d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, chaque maille élémentaire est composée de deux plans CuO_2 , séparés par une couche d'yttrium et entourée par deux plans BaO (Figure ...)

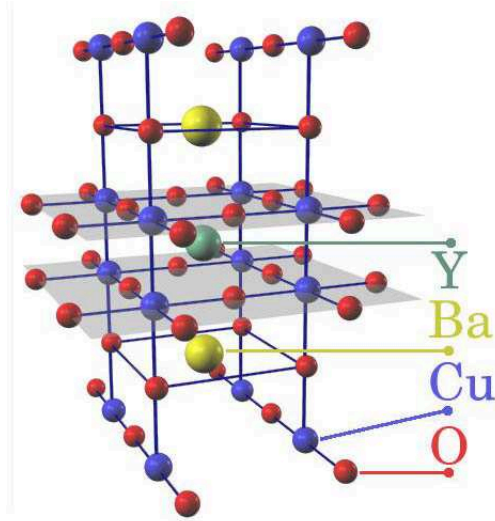


FIGURE 3.1 – Représentation schématique de la structure cristalline du composé $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$

Les propriétés physiques de ce type de composé sont extrêmement sensibles à la teneur en oxygène (δ). Pour $\delta = 1$ le matériau $YBa_2Cu_3O_6$ est un isolant antiferromagnétique. Il devient supraconducteur dans l'intervalle $0 < \delta \leq 0.65$ et présente alors une structure orthorhombique.

3.2.2 Techniques de dépôt

La croissance des échantillons $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} a été réalisée par deux techniques de dépôt différentes. $SY211$ [90] par pulvérisation cathodique au sein du laboratoire UMR 137 CNRS/THALES tandis que les films TM_{MgO} [91] et TM_{LAO} [92] ont été obtenus auprès de l'entreprise THEVA qui réalise ses films supraconducteurs par coévaporation thermique.

La pulvérisation cathodique est une méthode consistant à pulvériser une cible à l'aide d'un plasma afin de cristalliser ses constituants sur un substrat mis en regard. Il existe plusieurs variantes de cette technique. Les principales différences résident dans la forme de la cible et sa position par rapport au substrat. Pour des raisons de rendement de croissance et d'accordabilité avec le matériau à déposer ($YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$) c'est la variante dite à cathode cylindrique creuse qui a été utilisée pour la croissance de $SY211$. La cathode est constituée d'une céramique supraconductrice d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. Le substrat chauffé à haute température voit se condenser à sa surface les éléments arrachés à la cible par un plasma d'oxygène/argon allumé dans l'espace libre de la cible. La pression partielle d'argon dans le plasma est de l'ordre de 0.3 bar tandis que celle de l'oxygène est de l'ordre de 0.2 bar. Les paramètres de pression et de température de substrat sont ajustés en fonction des caractéristiques physiques des films à obtenir : Température critique, densité de

courant critique, résistance de surface, ou encore rugosité de surface. Dans le cas du film *SY211* la température du substrat pendant la croissance était de 730 et la pression partielle d'oxygène de 0.2 bar.

La coévaporation thermique est une méthode consistant à évaporer simultanément des composés afin qu'ils se cristallisent sur un substrat placé dans le cône de diffusion des gaz issus de l'évaporation. Pour la croissance des films TM_{MgO} et TM_{LAO} chaque constituant : yttrium, baryum et cuivre sont placés séparément dans des creusets pour y être évaporés par un processus de chauffage. Les gaz se condensent alors sur le substrat entraînant la cristallisation du matériau. L'oxygénation du film se fait par la mise sous pression d'oxygène de l'enceinte de dépôt. Ici aussi les paramètres de pression d'oxygène et de température du substrat jouent un rôle important.

3.2.3 Etat de surface

La Figure 3.2 montre l'état de surface des films étudiés, obtenu par microscopie électronique à balayage (MEB). Les échantillons *SY211* et TM_{LAO} présentent un état de surface caractérisé par la présence d'excroissances et de trou à la surface. Pour TM_{MgO} la surface semble plus lisse, très peu d'excroissances sont visibles. En revanche cet échantillon présente une importante quantité de trous à sa surface. .

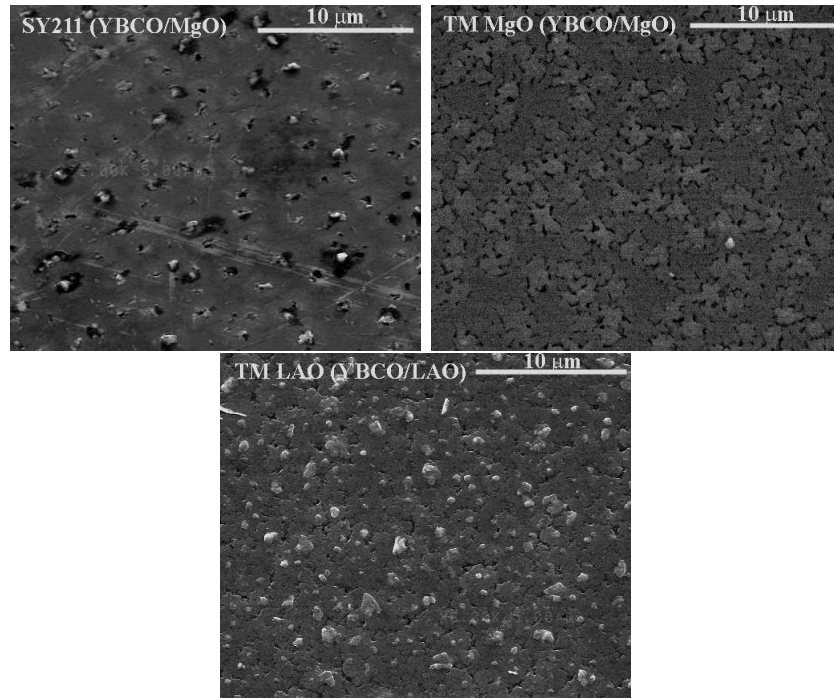


FIGURE 3.2 – Etat de surface des films *SY211*, TM_{MgO} et TM_{LAO} . Image prises en microscopie électronique à balayage.

3.2.4 Température critique

Les températures critiques des films *SY211*, TM_{MgO} et TM_{LAO} ont été mesurées par la méthode dite des quatre contacts. Trois barreaux d'environ 2 cm de longueur et de 0,5 cm de largeur sont découpés dans les échantillons. A l'aide de

quatre pointes cryogéniques, les contacts électriques, pour l'injection de courant et la prise de tension, se font à la surface du film mince. Le courant injecté par les deux contacts extérieurs est maintenu constant durant le refroidissement. A mesure que la température décroît, la tension est mesurée au niveau des deux contacts intérieurs.

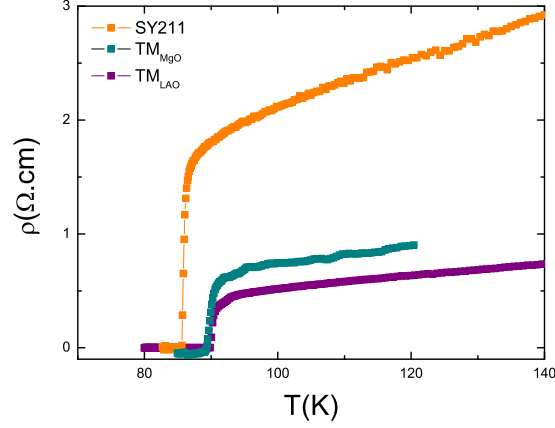


FIGURE 3.3 – Mesure de la température critique des échantillons $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} par la méthode des quatre contacts.

Les températures critiques issues des mesures présentées dans la Figure 3.3 sont rassemblées dans le Tableau 3.3. Les valeurs de T_c obtenues se trouvent dans un intervalle où l'on considère généralement que les film minces sont de bonne qualité. On peut cependant noter une différence au niveau de la résistivité dans l'état normal de l'échantillon $SY211$. Elle présente une valeur environ deux fois supérieure à celle des deux autres films. Ces films présentent des valeurs de température critique équivalentes aux valeurs généralement observées dans ce type de matériau [93, 96].

	SY_{211}	TM_{MgO}	TM_{LAO}
$T_c(K)$	85,49	88,92	89,92

TABLE 3.2 – Température critique obtenues à partir des mesures présentées dans la Figure 3.3 pour les échantillons $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO}

3.2.5 Densité de courant critique

La densité de courant critique a été mesurée pour les trois échantillons par imagerie magnéto-optique, cette technique sera détaillée dans le Chapitre 5. Elle permet, par une visualisation directe de la pénétration du flux magnétique dans les films supraconducteurs, de calculer la valeur de la densité de courant critique. Ces données sont présentées dans la Figure 3.4. Du point de vue de la densité de courant critique, cette série d'échantillon peut là aussi être considérée comme de bonne qualité. En effet des valeurs de courant critique de l'ordre 5.10^{10} Am^2 à 70 K sont généralement observées pour des films minces épitaxiés [93, 96]. La dépendance en température est identique pour les trois échantillons, on observe un léger décalage

entre les courbes, laissant apparaître une valeur de J_c sensiblement inférieure dans le cas du film SY211.

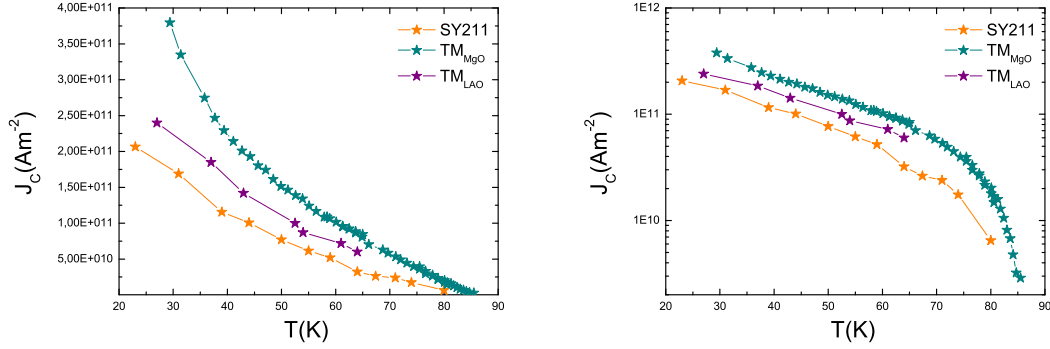


FIGURE 3.4 – Densité de courant critique, (a) en échelle linéaire et (b) en échelle log, en fonction de la température pour les échantillons $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} . Ces données ont été obtenues par imagerie magnéto-optique.

3.3 Résultats expérimentaux

3.3.1 Propriétés physiques du résonateur diélectrique

Dans le but de comprendre la croissance de la dissipation avec la puissance micro-onde dans des couches minces en $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, nous avons caractérisé les propriétés physiques du résonateur diélectrique en TiO_2 , pour les comparer à celle d'un résonateur diélectrique en MgO de fréquence de résonance voisine. La technique utilisée est celle de la mesure de Q_0 et f_0 du résonateur diélectrique en mode réflexion présentée au chapitre précédent. La Figure 3.5 présente la dépendance en température de la fréquence f_0 du résonateur TiO_2 dans la limite de faible puissance, pour trois configurations. Dans la première, le résonateur est directement posé sur la cavité en cuivre. Dans la seconde, le résonateur est posé sur un substrat de MgO vierge, d'une épaisseur de $500 \mu m$. Finalement, dans la troisième configuration, le résonateur est posé sur un film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ de $400 nm$ d'épaisseur lui-même déposé sur un substrat de MgO .

La valeur absolue de la fréquence de résonance dépend de la distance entre le résonateur et les parois conductrices de la cavité en cuivre. La présence du diélectrique MgO du substrat entre le résonateur et la cavité en cuivre engendre une diminution de f_0 en comparaison du cas où la couche $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ est présente. Les résultats de la Figure 3.5 montrent que la variation de f_0 ne dépend pas de la nature du support sur lequel le résonateur est posé. Qu'il s'agisse de cuivre, d'oxyde de magnésium ou d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, la fréquence f_0 suit exactement la même dérive en température. Ce comportement sous étend, qu'en régime basse puissance micro-onde, l'évolution de f_0 avec la température ne traduit pas les propriétés hyperfréquences du film supraconducteur. Il faut de plus noter que la conductivité thermique entre la tête froide et le résonateur n'est pas affectée par la présence d'une épaisseur de $500 \mu m$ d'oxyde de magnésium et de $400 nm$ d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$.

La totalité des études portant sur la résistance de surface des supraconducteurs, mesurée par cette méthode, ont été menées en utilisant le saphir ou le MgO pour la réalisation du résonateur diélectrique.

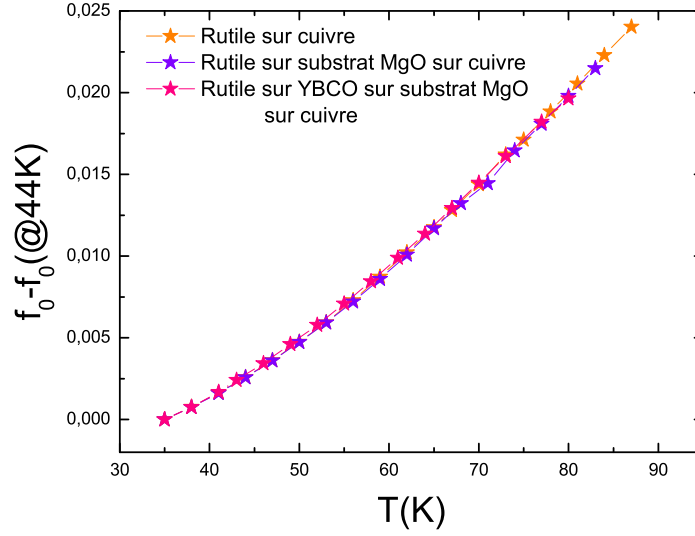


FIGURE 3.5 – Dépendance en température de la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 en régime basse puissance pour trois configurations différentes. Courbe orange : TiO_2 en contact direct avec le cuivre de la tête froide; courbe bleue : TiO_2 placé sur un substrat de MgO vierge posé sur la tête froide; courbe rose : TiO_2 sur une couche supraconductrice, elle même déposée sur un substrat de MgO , le tout sur le cuivre de la tête froide.

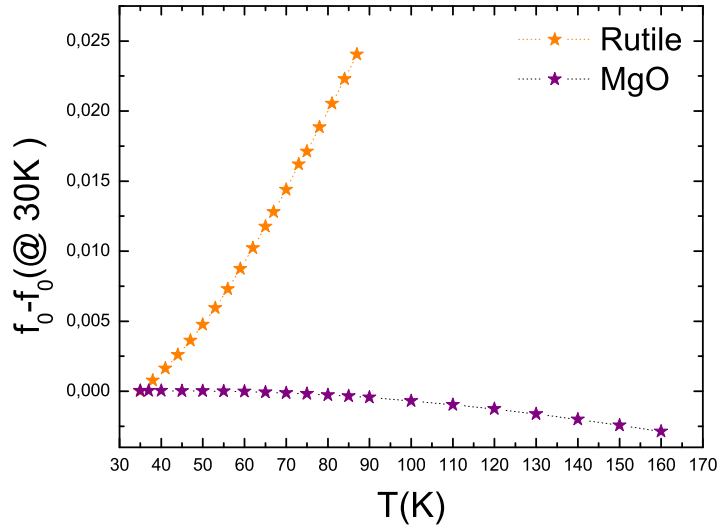


FIGURE 3.6 – Dépendance en température de la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 et d'un résonateur MgO en régime basse puissance

Nous avons voulu comparer l'influence du matériau diélectrique utilisé, pour fabriquer les résonateurs, sur la dérive en température de la fréquence de résonance. La Figure 3.6 compare la dépendance en température, dans le régime basse puissance,

de f_0 du résonateur en TiO_2 avec celle d'un résonateur MgO dont la fréquence de résonance se situe aux alentours de 8 GHz. La dérive en température de f_0 apparaît beaucoup plus faible dans le cas du résonateur MgO . Elle est de plus opposée, la fréquence décroît avec la température. Cette différence est une conséquence directe d'une augmentation (resp. diminution) avec la température de la constante diélectrique $\epsilon(T)$ du rutile (resp. MgO). Nous retrouvons dans le cas du résonateur MgO la décroissance de f_0 , avec la température, observée par les autres groupes.

3.3.2 Influence de la puissance micro-onde sur la résistance de surface des films supraconducteurs

La résistance de surface des films $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} ainsi que la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 en fonction de la puissance micro-onde réactive P_{rf} , à 74 K, sont présentées respectivement dans les Figures 3.7 et 3.8.

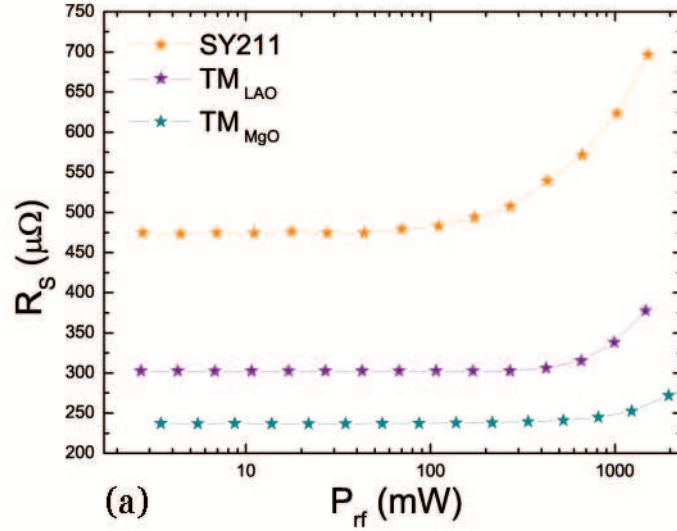


FIGURE 3.7 – Dépendance à la puissance micro-onde réactive P_{rf} de la résistance de surface des trois couches d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ pour une température de 74K. P_{rf} est définie comme $P_{rf} = P_{in,rf} \times Q_L$ ($P_{in,rf}$ étant la puissance en sortie de l'amplificateur)

Chaque film présente des valeurs du facteur de qualité en charge Q_L différentes, donc une puissance absorbée différente. La puissance réactive définie comme : $P_{rf} = P_{in,rf} \times Q_L$ ($P_{in,rf}$ étant la puissance en sortie de l'amplificateur) est un paramètre introduit afin de comparer quantitativement les données obtenues pour différents films. On définit également la limite faible puissance comme celle en-dessous de laquelle $R_s(P_{rf})$ ne dépend pas de P_{rf} .

Les résultats de la Figure 3.7 montrent, pour les trois échantillons, une évolution avec la puissance réactive à deux régimes. Tant que P_{rf} est inférieure à une certaine valeur seuil, la résistance de surface demeure constante; on parle de régime basse puissance. Au-delà, c'est-à-dire lorsque $P_{rf} > P_{nl,rf}$, on observe une augmentation rapide de la résistance de surface. C'est ce phénomène qui est à l'origine de la dégradation des dispositifs hyperfréquence basés sur des supraconducteurs.

Le film *SY211* présente une valeur de R_s dans le régime basse puissance nettement supérieure à celles des deux autres films. A l'inverse, la puissance seuil correspondante est inférieure. On retrouve les même caractéristiques dans la variation de la fréquence de résonance avec la puissance micro-onde réactive. La Figure 3.8 illustre ces résultats. A partir d'une puissance seuil, la fréquence de résonance du résonateur posé sur le film supraconducteur augmente fortement. En comparant avec les résultats d'autre groupes, utilisant du *MgO* ou du saphir, on observe là encore une variation opposée. La fréquence décroît avec la puissance micro-onde dans le cas d'un résonateur *MgO* ou saphir.

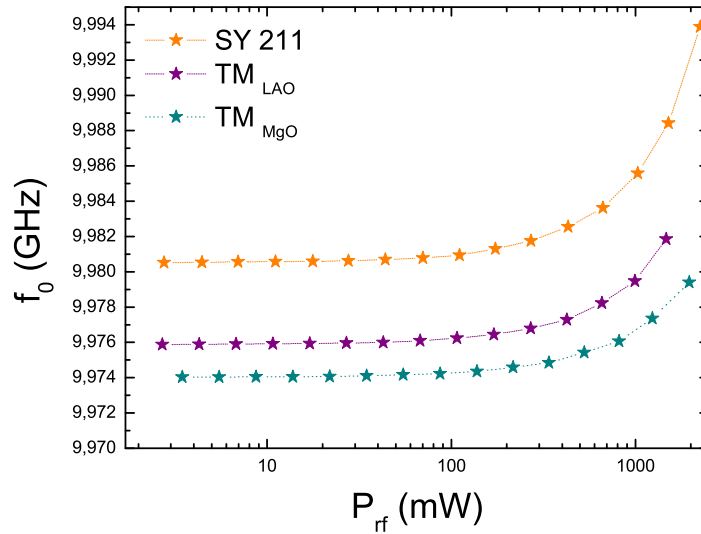


FIGURE 3.8 – Dépendance à la puissance micro-onde réactive P_{rf} de la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 posé successivement sur les trois couches d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ pour une température de 74K. P_{rf} est définie comme $P_{rf} = P_{in,rf} \times Q_L$ ($P_{in,rf}$ étant la puissance en sortie de l'amplificateur)

La Figure 3.9 présente la dépendance en puissance micro-onde de la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 posé sur les films *SY211* (3.9 (a)), TM_{LAO} (3.9 (b)) et TM_{MgO} (3.9 (c)) pour trois températures de la tête froide (47 K, 63 K et 74 K). La Figure 3.9(d) montre la dépendance en température de la puissance rf seuil tirée de ces courbes. On observe que l'augmentation de la température de la tête froide entraîne pour chaque échantillon une diminution de la puissance seuil $P_{rf,nl}$.

La Figure 3.10 compare la dépendance en puissance de la fréquence de résonance du résonateur diélectrique lorsque celui-ci est posé sur un substrat *MgO* vierge et sur une couche supraconductrice (*SY211*).

La variation de f_0 , est quasi-inexistante dans le cas du résonateur posé sur le substrat. Ceci indique que le supraconducteur est bien responsable de l'augmentation de la fréquence de résonance avec la puissance micro-onde. Les pertes dans le diélectrique TiO_2 sont négligeables devant les pertes dans le supraconducteur.

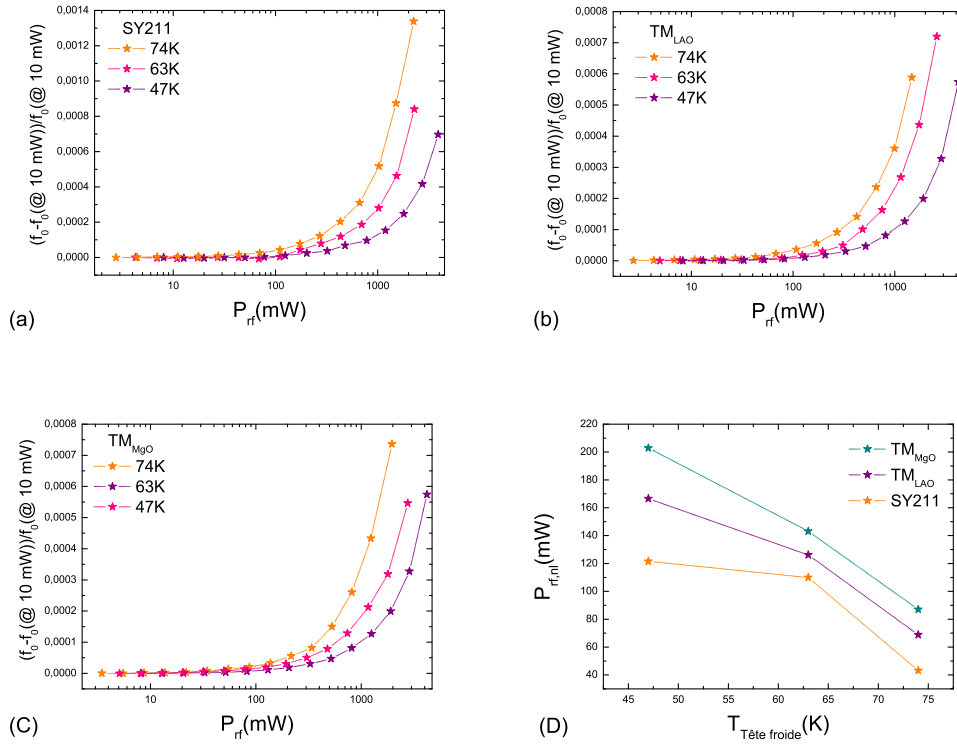


FIGURE 3.9 – Influence de la température de la tête froide sur l'évolution avec la puissance micro-onde de f_0 (a) SY211 (b) TM_{LAO} (c) TM_{MgO} (d) Evolution de $P_{rf,lim}$ avec la température de la tête froide.

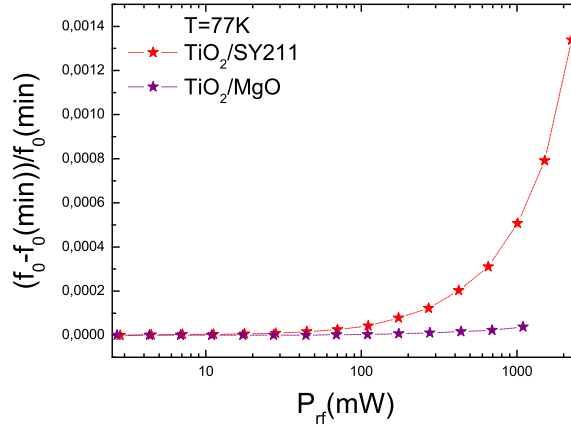


FIGURE 3.10 – Influence de la puissance micro-onde sur la fréquence de résonance du résonateur diélectrique, posé sur un film supraconducteur et sur un substrat MgO vierge.

3.3.3 Influence de la température, en régime basse puissance, sur la résistance de surface des films supraconducteurs

La résistance de surface des films $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} ainsi que la fréquence de résonance du résonateur TiO_2 en fonction de la température,

dans le régime basse puissance, sont présentées respectivement dans les Figures 3.11 et 3.12.

La résistance de surface dans la limite faible puissance des films $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ présente elle aussi une évolution à deux régimes. On observe un accroissement monotone avec la température pour tous les échantillons au-dessus d'une température limite notée T_{nl} . Concernant la dépendance en température de f_0 , on observe la même évolution que celle déjà observée dans la figure 3.5. Cette caractéristique montre une fois de plus que la nature du support sur lequel le résonateur est posé n'influence pas l'évolution de la fréquence de résonance.

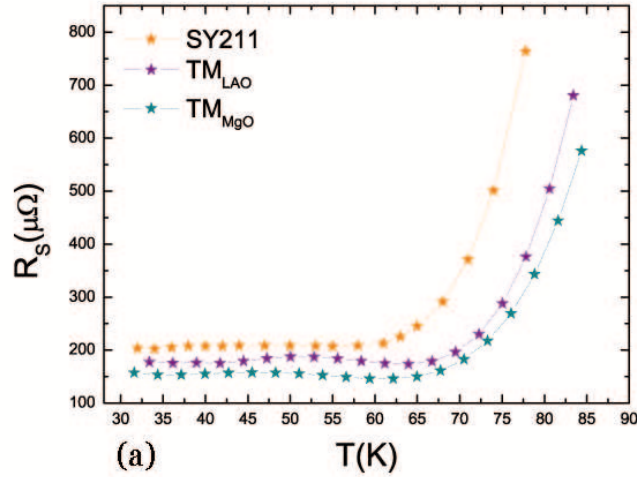


FIGURE 3.11 – Dépendance en température de la résistance de surface des échantillons $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} dans la limite basse puissance

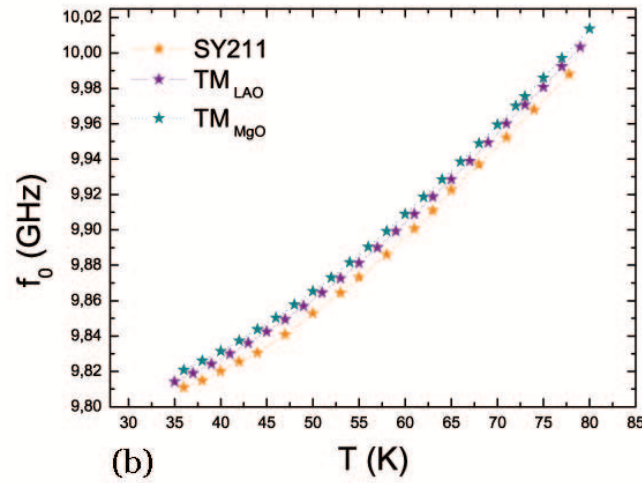


FIGURE 3.12 – Fréquence de résonance du résonateur diélectrique en TiO_2 posé sur les films $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} dans la limite basse puissance

3.4 Phénomène d'échauffement micro-onde

3.4.1 Calcul de l'élévation en température des films supraconducteurs

La fréquence de résonance d'un résonateur en MgO décroît avec la température et, au-dessus d'une certaine valeur, avec la puissance micro-onde. Cette variation est inversée lorsqu'il s'agit du diélectrique TiO_2 . De plus, le fait que $f_0(T)$ en régime basse puissance ne dépend pas de la présence du film supraconducteur, nous amène à envisager l'hypothèse d'une élévation en température de l'échantillon lorsque la puissance augmente.

Les données de la Figure 3.12 sont maintenant utilisées pour estimer la variation en température du résonateur diélectrique (donc du film supraconducteur) avec la puissance hyperfréquence. Pour cela, on effectue un ajustement polynomial d'ordre 3 sur les courbes $f_0(T)$ de la figure 3.12. Cet ajustement permet de calibrer la fréquence de résonance de manière équivalente à la calibration de la résistance d'une sonde de température en platine. Si l'on y insère les valeurs de fréquence obtenues en fonction de la puissance micro-onde, on peut calculer la température du résonateur diélectrique en fonction de la puissance micro-onde. Ces résultats sont présentés dans la Figure 3.13 pour trois températures de la tête froide soit : 47 K (a), 63 K (b), 74 K (c). Ces calculs montrent que l'élévation en température de la couche supraconductrice peut atteindre 2,5 K dans le cas par exemple de l'échantillon SY211 soumis à une puissance réactive de 2 W et à une température de tête froide de 74 K. Cet échauffement diminue lorsque la température de la tête froide devient plus basse, au même niveau de puissance (2 W), le film SY211 voit sa température augmenter de 0,5 K lorsque la température de la tête froide est ajustée à 47 K.

3.4.2 Confirmation du phénomène d'échauffement

Nous comparons maintenant la croissance de la résistance de surface due à l'augmentation en température à cause de l'énergie dissipée lors d'une puissance micro-onde injectée croissante (symboles fermés Figure 3.14), avec celle obtenue dans le régime basse puissance (symboles ouverts figure 3.14). Les deux familles de données se superposent parfaitement. Ce résultat indique qu'aucune dépendance non-linéaire intrinsèque n'est mesurée et que les non-linéarités observées sont en fait la conséquence d'un échauffement de Joule. Un mécanisme linéaire de dissipation est à l'origine de cet échauffement.

Une manière simple de souligner les effets thermiques lors de l'augmentation de la puissance hyperfréquence est de modifier le contact thermique entre le film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ et la tête froide. Pour cela nous avons intercalé entre ces deux éléments divers constituant afin de dégrader le contact thermique, donc l'évacuation de la chaleur engendrée par la puissance micro-onde. La Figure 3.15 présente la variation de la résistance de surface avec la puissance hyperfréquence d'un film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ dans cinq configurations. La première est la configuration de base, la couche est en contact direct avec la tête froide. Puis sont successivement intercalées une feuille de papier, deux feuilles de papier, une feuille d'indium de $1 \mu m$ d'épaisseur et enfin une épaisseur importante de graisse à vide Apiezon L. L'échauffement augmente à mesure que l'on dégrade le contact thermique.

Un autre moyen est d'augmenter le temps de balayage du signal hyperfréquence. Dans la configuration usuelle le temps de balayage est réglé à $184 ms$. Si l'on aug-

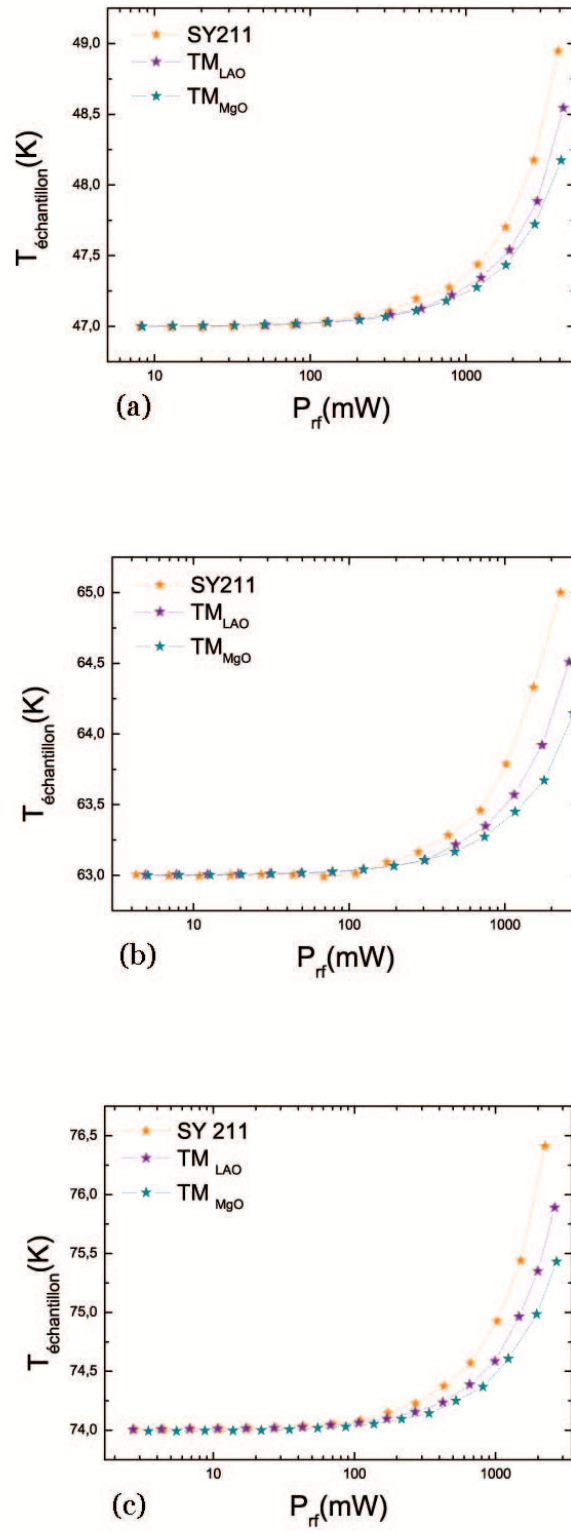


FIGURE 3.13 – Estimation de l'élévation en température des films supraconducteurs avec la puissance micro-onde pour trois température de tête froide , (a) 47K, (b) 63K et (c) 74K

mente ce dernier le temps pendant lequel le résonateur reçoit la puissance est plus

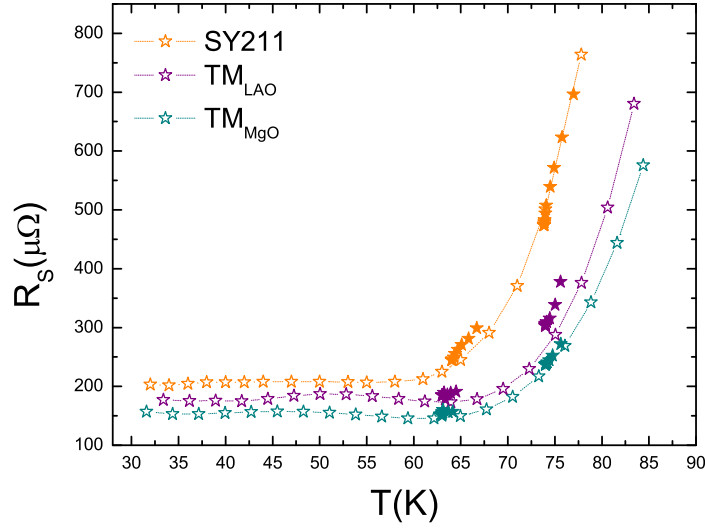


FIGURE 3.14 – Symboles ouverts : Résistance de surface en fonction de la température en régime basse puissance. Symboles fermés : Résistance de surface en fonction de la température calculée à partir de la variation de fréquence induite par la puissance micro-onde.

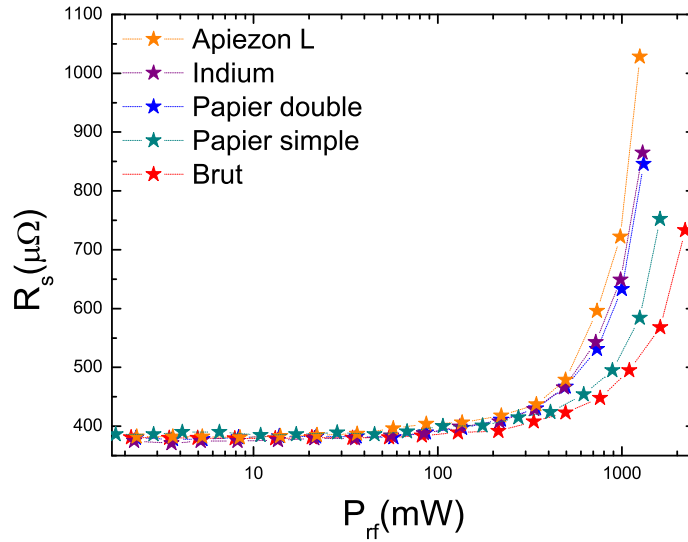


FIGURE 3.15 – Résistance de surface de l'échantillon SY211 en fonction de la puissance micro-onde dans différentes configurations de contact thermique entre l'échantillon et la tête froide

important. La figure 3.16 illustre la variation de la résistance de surface avec la puissance micron-onde d'un film $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pour trois temps de balayage différents : 184 ms, 284 ms et 384 ms. Le phénomène d'échauffement est accentué lors de l'augmentation du temps de balayage.

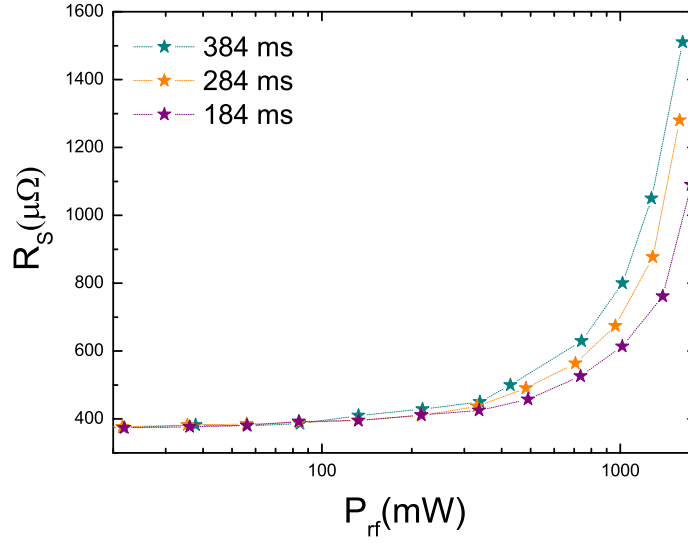


FIGURE 3.16 – Résistance de surface de l'échantillon SY211 en fonction de la puissance micro-onde pour différents temps de balayage 184ms 284 ms 384 ms

3.4.2.1 Modélisation de pertes par effet Joule

Les expériences précédentes mettent clairement en évidence le lien entre élévation en température et puissance micro-onde. Dans le but de modéliser la dépendance en puissance de la résistance de surface, l'équation 3.2 établit le bilan thermique de l'empilement résonateur diélectrique, film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, substrat MgO, le tout installé sur la tête froide du dispositif de mesure.

$$\dot{Q} = P_{rf} - K(T - T_0) = C(T - T_0), \quad (3.2)$$

La chaleur dissipée par la couche supraconductrice est absorbée dans la tête froide a travers le substrat. On note K la résistance thermique entre la couche supraconductrice et la tête froide. Celle-ci est la somme de trois résistances thermiques,

$$K = K_1 + K_2 + K_3 \quad (3.3)$$

les indices 1,2 et 3 font référence aux résistances thermiques respectives de l'interface $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}/MgO$, du substrat et enfin de l'interface MgO /tête froide. La chaleur est aussi transférée dans le résonateur TiO_2 . Le paramètre C dans l'équation 3.2 est la capacité calorifique du diélectrique rutile. Nous négligeons ici la résistance thermique entre le résonateur et le film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$. De même nous négligerons la résistance thermique entre le film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ et le substrat. A puissance micro-onde fixée et d'un point de vue macroscopique, la température ne varie pas au cours du temps, le système thermique considéré se trouve dans un état stationnaire. Il en résulte l'expression de la température du film en fonction de la puissance micro-onde :

$$T = T_0 + \frac{P_{rf}}{C + K}. \quad (3.4)$$

Dans le régime de pertes ohmique (Phénomène linéaire) la résistance de surface s'exprime comme :

$$R_S = (\mu_0 \omega \rho)^{\frac{1}{2}}, \quad (3.5)$$

où ω est la pulsation et ρ la résistivité, cause de l'échauffement. Il faut maintenant établir l'expression de la résistivité en fonction de la température pour ensuite l'exprimer en fonction de la puissance hyperfréquence. Partons pour cela de l'expression la plus générale possible, soit ρ en fonction d'une série de puissance de T :

$$\rho = \rho_0 + c_1 T + c_2 T^2 + \dots \quad (3.6)$$

Les paramètres C_1 et C_2 sont deux quantités qu'il faudra déterminer par la suite

L'expression de $T(P_{rf})$ est donnée dans l'équation 3.4. En remplaçant T dans l'équation 3.6 par l'expression 3.4 et en posant $R_{S0} = \mu\omega(\rho_0 + c_1 T_0 + c_2 T_0^2)$ on obtient la résistance de surface en fonction de la puissance micro-onde

$$R_S = R_{S0} \left[1 + \frac{c_1 + 2c_2 T_0}{(C + K)R_{S0}} P_{rf} + \frac{c_2^2}{(C + K)^2 R_{S0}} P_{rf}^2 \right]^{\frac{1}{2}}, \quad (3.7)$$

En développant la racine carré en série au premier ordre, la résistance de surface prend la forme :

$$R_S \approx R_{S0} \left[1 + \frac{c_1 + 2c_2 T_0}{2(C + K)R_{S0}} P_{rf} + \frac{c_2}{2(C + K)^2 R_{S0}} P_{rf}^2 \right], \quad (3.8)$$

soit

$$R_S \approx R_{S0} (1 + A P_{rf} + B P_{rf}^2). \quad (3.9)$$

Les différentes courbes de la Figure 3.17 correspondent à la mesure de $R_S(P_{rf})$ du film SY211 directement posé sur la tête froide (3.17(a)), et lorsque est intercalé entre l'échantillon et la tête froide : une feuille de papier (3.17(b)), une feuille d'indium (3.17(c)) et une couche épaisse de graisse Apiezon (3.17(d)). L'ajustement de ces données par l'Équation 3.9 est matérialisé par la ligne Verte. Ce type de dépendance est le même que celui rapporté par d'autres groupes, si on se rappelle que la puissance micro-onde est proportionnelle au carré du champ magnétique. Les auteurs [78-79] suggèrent que le terme du premier ordre en P_{rf} (H_{rf}^2) est le fait de la résistivité des quasi-particules, alors que les auteurs [86-89] évoquent un échauffement local du supraconducteur. A plus forte puissance les auteurs [83-85] prétendent que le terme du second ordre P_{rf}^2 (H_{rf}^4) de l'Équation 3.9 est du à la pénétration de vortex dans le matériau. A ce stade une analyse approfondie des paramètres d'ajustement A et B de l'Équation 3.9 devrait permettre de remonter à l'expression de la résistivité, (Équation 3.6) via les paramètres c_1 et c_2 . Une fois établie, une comparaison avec les expressions connues de la résistivité des quasi-particules et du fluage de flux permettrait de séparer leurs contributions. Cette analyse nécessite une mesure extrêmement fine de la courbure de la caractéristique $R_S(P_{rf})$. Certains éléments du cryostat de mesure, notamment la partie mobile de la machine de refroidissement, induisent un bruit dans les mesures (barres d'erreur dans la Figure 3.17) rendant difficile l'estimation précise de la courbure.

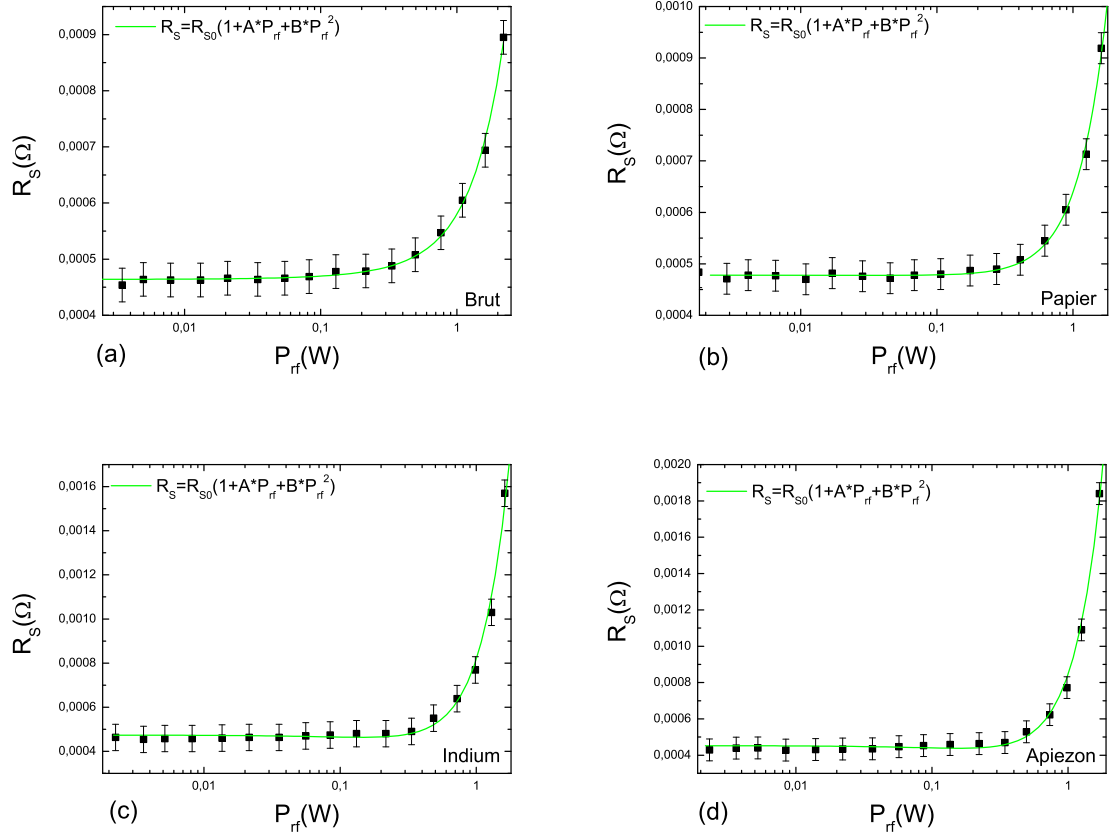


FIGURE 3.17 – Ajustement (ligne verte) par l'Équation 3.9 des courbes $R_S(P_{rf})$ mesurée à 74 K. (a) lorsque la couche est posée sur la tête froide et lorsque entre la couche et la tête froide est intercalé (b) une feuille de papier, (c) une feuille d'indium et (d) une couche de graisse Apiezon.

3.5 Conclusion

Nous avons caractérisé l'évolution de la résistance de surface R_S de trois films $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, en fonction de la puissance micro-onde et de la température, par la méthode du résonateur diélectrique [97, 100]. On observe pour chaque échantillon une forte augmentation de la résistance de surface à partir de certaines valeurs de la température et de la puissance hyperfréquence, notées : $P_{nl,rf}$ et T_{nl} . Ce comportement est généralement qualifié de non-linéaire au regard de la très faible dépendance de R_S lorsque P_{rf} et T sont inférieures à ces valeurs seuil.

Dans le but de comprendre les mécanismes responsables de l'accroissement des pertes dans ce type de matériau, nous avons aussi mesuré l'influence de P_{rf} et T sur la fréquence de résonance du résonateur en rutile. Les résultats, sont comparés avec ceux obtenus sur un résonateur en MgO , présentant des propriétés physiques analogues au saphir, systématiquement utilisé pour ce type de mesures. Les films supraconducteurs présentent en général des défauts résistifs, tels que des précipités conducteurs ou des liens faibles. Dans leurs expériences, Obara et collaborateurs [101], ont montrés une corrélation entre la dépendance en puissance micro-onde de la résistance de surface et la valeur de la densité de courant critique continu. Nos résultats semblent eux aussi indiquer cette corrélation. Des effets non linéaires intrinsèques sont aussi attendu [102, 105]. Halbritter et collaborateurs [106] ont montés

qu'au tout début de l'apparition des non linéarités, des fluxon Josephon pouvaient pénétrer dans les liens faibles et qu'à plus fort champ hyperfréquence, les pertes par fluage des lignes de flux (fluxflow) devaient être pris en compte [107]. Enfin Wosik et collaborateurs [108, 109] ont présenté l'échauffement global du matériau supraconducteur comme la racine possible des effets non linéaire observés.

En régime faible puissance micro-onde, la fréquence de résonance du résonateur en rutile augmente fortement avec la température et ce, de façon identique quelle que soit la nature du support sur lequel le résonateur est posé (cuivre, substrat MgO ou film supraconducteur). En revanche lorsque il s'agit d'un résonateur en MgO , nous observons une diminution de la fréquence de résonance avec la température. Cette différence de comportement est à attribuer uniquement aux propriétés physiques de ces deux matériaux, dont la constante diélectrique varie de manière opposée avec la température.

Lorsque, à température fixe, la puissance micro-onde augmente, $f_{0,rutile}$ augmente aussi. Dans la plupart des résultats sur ce sujet, le MgO et le saphir sont utilisés ce qui engendre une diminution de la fréquence de résonance. Cette décroissance observée est interprétée comme l'augmentation avec P_{rf} (tout comme avec la température d'ailleurs) de la longueur de pénétration λ . En effet, d'un point de vue géométrique, il semble logique d'imaginer qu'une augmentation de λ entraîne une augmentation de l'extension, selon z , de la cavité, en conséquence de quoi la fréquence diminue. Il devient, par ce biais possible de remonter à la valeur de la réactance de surface définie comme $X_S = \mu_0 \omega \lambda$.

Cependant, si tel était le cas, la nature du matériau diélectrique ne devrait avoir aucune influence sur le sens de variation de la fréquence de résonance. En utilisant un matériau (le rutile) dont la variation de la constante diélectrique avec la température est opposée à celle du MgO ou du saphir, nous avons montré que la caractéristique $f_0(P_{rf})$ indiquait une élévation en température du résonateur, donc du film supraconducteur. Et qu'il était possible de calculer précisément cet échauffement grâce à la mesure de $f_0(T)$ en régime basse puissance.

Il est à présent certain que les phénomènes responsables de l'accroissement de la résistance de surface avec la puissance micro-onde, sont caractérisés par un échauffement linéaire de type Joule des films supraconducteurs[110].

Chapitre 4

Résonateurs supraconducteurs

4.1 Introduction

Les résultats présentés dans ce chapitre s'inscrivent dans un contexte d'application des propriétés des matériaux supraconducteurs pour le traitement du signal hyperfréquence. Le projet de Recherche Exploratoire et Innovation (REI), proposé par la Direction Générale de l'Armement (DGA), consiste en une étude de faisabilité d'un oscillateur local faible bruit pour pilote RADAR, basé sur des résonateurs supraconducteurs.

Ce type d'application nécessite la synthèse de fréquence à haute pureté spectrale. Cette pureté, mesurée par la densité spectrale de bruit, ne peut être obtenue qu'à partir de résonateurs présentant à la fois une largeur de résonance très étroite (fort facteur de qualité) et la capacité à supporter des puissances réactives élevées. En dépit des travaux sur le sujet, les résonateurs acoustiques (quartz) semblent atteindre une butée.

Les Supraconducteurs à Haute Température Critique (SHTC) permettent en principe d'obtenir des facteurs de qualité supérieure d'au moins un ordre de grandeur par rapport à l'état de l'art aux fréquences considérés. Le point de départ de l'étude proposée est la faisabilité de résonateurs planaires SHTC 2D à 1 GHz avec un facteur de qualité suffisant ($Q > 100000$ voire 200000) pour apporter le gain recherché et supportant des puissances réactives de l'ordre de 50 W. Le choix de la fréquence de 1 GHz constitue un compromis idéal pour le spectre de bruit ; il permet en outre d'envisager le couplage du résonateur à un élément actif faible bruit et fort rendement. Le choix de la technologie planaire offre une configuration robuste vis-à-vis de la sensibilité aux vibrations et accélérations, et se prête à l'intégration dans un système cryogénique compact. Le résonateur supraconducteur est aussi une méthode de mesure de l'impédance de surface des films minces supraconducteurs [111, 116].

4.2 La technologie planaire

Les composants en technologie planaire sont élaborés à partir de films minces, déposés sur un substrat, et présentant une réponse électromagnétique en accord avec le type d'utilisation envisagée. Différentes méthodes de gravure peuvent être utilisées afin de définir un motif, un circuit plus ou moins complexe. Nous verrons dans la suite qu'un résonateur n'est autre qu'une ligne de transmission sectionnée. Il existe trois types de lignes susceptibles de guider un mode de propagation quasi Transverse ElectroMagnétique (TEM) [117]. Celles-ci sont la ligne coplanaire, la ligne micro-ruban et enfin, la configuration dite triplaque (Figure 4.1). Toutes sont

constituées d'un ruban central, assurant le transport du signal hyperfréquence, et d'un ou plusieurs plans de masse. La distinction s'effectue au niveau de l'agencement du ou des plans de masse par rapport au ruban central. Les propriétés de guidage sont déterminées par le type de structure employé et par la géométrie des lignes.

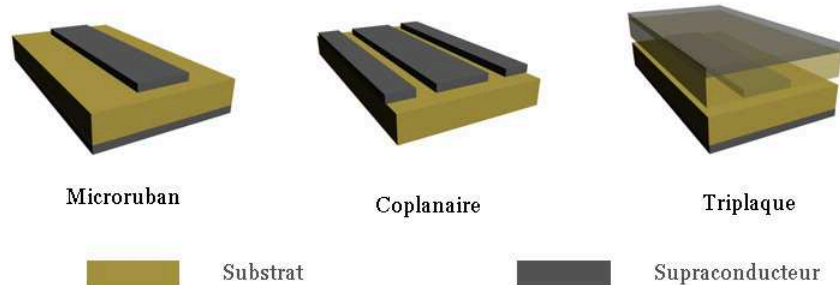


FIGURE 4.1 – Représentation schématique de trois types de ligne de transmission coplanaire : la ligne micro-ruban, la ligne coplanaire et la ligne triplaque

La ligne triplaque représente théoriquement la meilleure configuration pour guider un mode réellement TEM. De plus, étant donné que les lignes des champs électrique et magnétique sont totalement confinées dans le substrat diélectrique, les pertes par rayonnement sont quasiment nulles. On peut, en revanche, facilement imaginer la difficulté de réalisation d'une ligne triplaque. L'existence d'un espace entre le ruban central et au moins l'un des deux substrats ne peut être évitée d'un point de vue technologique. Les lignes de champ subissent alors des distorsions aux interfaces, ce qui dégrade les propriétés de guidage.

La ligne coplanaire, est quant à elle, relativement simple à fabriquer. Une couche mince sur un substrat suivie d'une étape de gravure suffit. Cette configuration présente de plus l'avantage de pouvoir adapter facilement l'impédance de la ligne en ajustant l'espace entre les deux plans de masse et le ruban central. Pour l'application envisagée (Oscillateur local 1 GHz), la ligne coplanaire souffre cependant de deux inconvénients. Les courants sont très importants sur les bords de la ligne et sur les bords des plans de masse, limitant la tenue en puissance. De plus, lors de l'insertion d'une ligne coplanaire dans un boîtier, nécessaire pour le refroidissement, pour l'écrantage des perturbations extérieures et pour limiter les fuites hyperfréquences, des modes parasites, issus de l'interaction entre la ligne et le boîtier apparaissent.

Comme nous disposons de couches minces supraconductrices double face de très bonne qualité sur un substrat MgO à très faibles pertes, qui, de plus, est un bon conducteur thermique, la ligne micro-ruban a été choisie pour réaliser le résonateur 1 GHz, compte tenue de ses qualités en matière de tenue en puissance. Notons cependant que l'impédance de la ligne est en grande partie déterminée par l'épaisseur du substrat, et par conséquent, difficile à ajuster. Ce paramètre n'est en réalité pas déterminant pour le bon fonctionnement du système il reste ajustable par la distance entre les ports d'entrée-sortie et la ligne de transmission. La réalisation est relativement simple puisque, comme dans le cas de la ligne coplanaire, une seule étape de gravure est nécessaire pour faire apparaître le motif.

4.3 Généralités sur les lignes de transmission

Une ligne de transmission est composée de deux conducteurs parallèles, séparés par un isolant. Différents modèles permettent de décrire une ligne de transmission. Le schéma électrique équivalent de la Figure 4.2, issu de la théorie des lignes, permet de rendre compte de ses caractéristiques. Z est une impédance linéique et Y une admittance linéique, utilisées pour décrire de manière générale la propagation d'une onde électromagnétique appliquée.

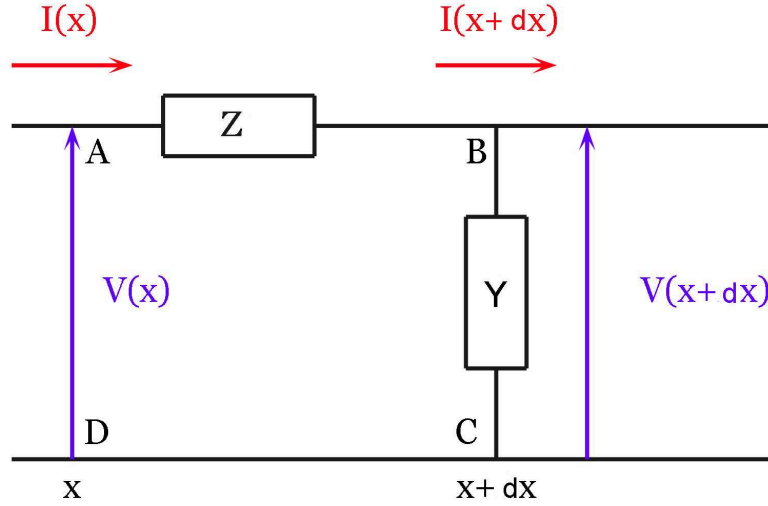


FIGURE 4.2 – Schéma électrique équivalent d'une ligne de transmission

Soient $V(x)$ et $V(x + dx)$ les amplitudes de la différence de potentiel entre les deux conducteurs de la ligne, aux points x et $x + dx$. De même $I(x)$ et $I(x + dx)$ sont les amplitudes des courants dans les conducteurs aux abscisses x et $x + dx$. La loi des mailles appliquée à la maille ABCD dans la Figure 4.2 donne :

$$V(x) = ZdxI(x) + V(x + dx). \quad (4.1)$$

La loi des nœuds appliquée au point B donne la relation entre les courants $I(x)$ et $I(x + dx)$:

$$I(x) = YdxV(x + dx) + I(x + dx) \quad (4.2)$$

Si dx est petit devant la longueur d'onde, le courant et la tension varient peu dans la maille, on peut simplifier l'équation 4.1 en ne gardant que les termes du premier ordre en dx , d'où :

$$\frac{dV(x)}{dx} = -ZI(x) \quad (4.3)$$

$$\frac{dI(x)}{dx} = -YV(x) \quad (4.4)$$

Soit maintenant en dérivant (4.3) et (4.4) par x et en les combinant on obtient un système d'équation du second ordre :

$$\frac{d^2V(x)}{dx^2} = ZYV(x) \quad (4.5)$$

$$\frac{d^2I(x)}{dx^2} = ZYI(x) \quad (4.6)$$

En posant $\gamma = \sqrt{ZY}$ on peut vérifier que les solutions générales du système précédent sont du type :

$$V(x) = V_1 e^{-\gamma x} + V_2 e^{\gamma x} \quad (4.7)$$

$$I(x) = I_1 e^{-\gamma x} + I_2 e^{\gamma x} \quad (4.8)$$

En remarquant que $\frac{\gamma}{Z} = \sqrt{\frac{Z}{Y}}$ a la dimension d'une admittance, on définit son inverse comme l'impédance caractéristique Z_0 de la ligne de transmission :

$$Z_0 = \sqrt{\frac{Z}{Y}} \quad (4.9)$$

De manière générale la constante de propagation est supposée complexe $\gamma = \alpha + j\beta$ où α traduit l'atténuation de l'onde et β le terme de phase. La vitesse de phase v_φ de l'onde est alors définie par :

$$v_\varphi = \left(\frac{\partial \beta}{\partial \omega} \right)^{-1} \quad (4.10)$$

Cette description est générale, il est possible de se placer maintenant dans des cas plus particuliers en explicitant les valeurs de Z et Y .

4.3.1 Cas d'une ligne sans pertes

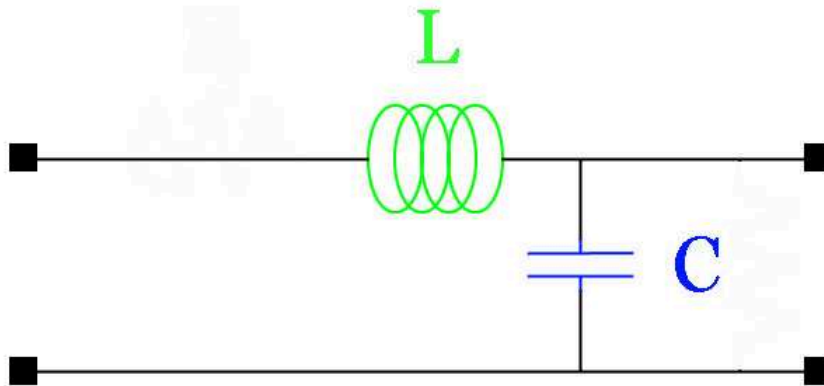


FIGURE 4.3 – Schéma électrique équivalent d'une ligne de transmission sans pertes

Le schéma électrique équivalent d'une ligne sans pertes est présenté dans la Figure 4.3. L'impédance Z est ici une inductance, $Z = jL\omega$ et l'admittance Y une capacitance, $Y = jC\omega$. Il n'y a pas de résistance électrique et les deux conducteurs sont parfaitement isolés. L'impédance caractéristique vaut :

$$Z_0 = \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (4.11)$$

La constante de propagation est purement imaginaire :

$$\gamma = j\omega\sqrt{LC} \quad (4.12)$$

Il n'apparaît que le terme de phase $\beta = \omega\sqrt{LC}$, la vitesse de phase est alors :

$$v_\varphi = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad (4.13)$$

v_φ peut également s'exprimer en fonction de la célérité de l'onde dans le vide et de l'indice du milieu de propagation

$$v_\varphi = \frac{1}{\sqrt{\mu\epsilon}}. \quad (4.14)$$

Afin de prendre en compte la présence du substrat, on définit une constante diélectrique effective

$$v_\varphi = \frac{c}{\sqrt{\epsilon_{eff}}} \quad (4.15)$$

4.3.2 Cas d'une ligne avec pertes

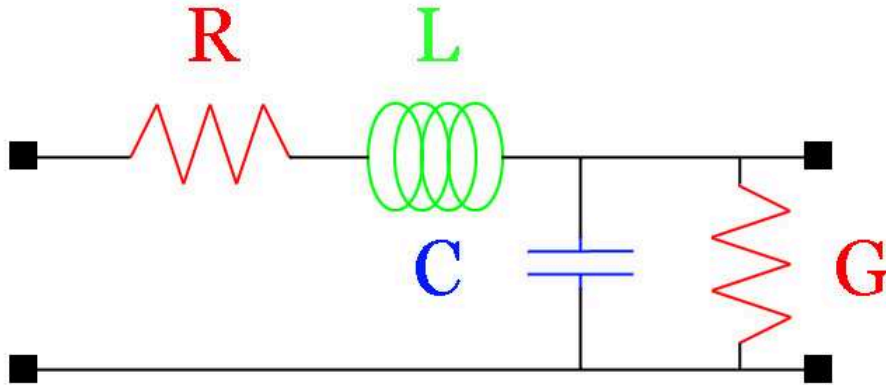


FIGURE 4.4 – Schéma électrique équivalent d'une ligne de transmission avec pertes.

Les pertes électromagnétiques peuvent provenir d'une résistance électrique non nulle dans la ligne et/ou d'une conductance non nulle dans le substrat. Z et Y s'expriment maintenant comme : $Z = R + jL\omega$ et $Y = G + jC\omega$.

L'impédance caractéristique vaut :

$$Z_0 = \sqrt{\frac{R + jL\omega}{G + jC\omega}} \quad (4.16)$$

et la constante de propagation

$$\gamma = \sqrt{(R + jL\omega).(G + jC\omega)} = \alpha + j\beta, \quad (4.17)$$

où

$$\alpha = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{(R^2 + L^2\omega^2)(G^2 + C^2\omega^2)} + RG - LC\omega^2 \right)} \quad (4.18)$$

$$\beta = \sqrt{\frac{1}{2} \left(\sqrt{(R^2 + L^2\omega^2)(G^2 + C^2\omega^2)} - RG + LC\omega^2 \right)} \quad (4.19)$$

En considérant les pertes comme très faibles, R et G deviennent négligeables devant respectivement $L\omega$ et $C\omega$.

L'impédance caractéristique peut s'écrire comme

$$Z_0 = \sqrt{\frac{L}{C}} \left(1 - j\frac{R}{2L\omega} \right) \simeq \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (4.20)$$

tandis que

$$\alpha = \frac{R}{2Z_0} \quad (4.21)$$

et

$$\beta = \omega\sqrt{LC} \quad (4.22)$$

Un résonateur est une ligne de transmission sectionnée. L'onde qui s'y propage subit des réflexions aux extrémités, on retrouve alors la notion de cavité résonante présenté au chapitre 2. Un résonateur est équivalent à un circuit RLC , sa fréquence de résonance est donnée par

$$\omega_0 = \frac{1}{\sqrt{LC}} \quad (4.23)$$

Cette fréquence est en majeure partie déterminée par la géométrie du résonateur, c'est elle qui impose la valeur de l'inductance linéique L et de la capacité linéique C . Le facteur de qualité Q , qui rend compte de la réponse du résonateur à une excitation électromagnétique, est défini comme

$$Q = \frac{\omega W}{P_{diss}}, \quad (4.24)$$

où W est l'énergie emmagasinée pendant un cycle, et P_{diss} la puissance dissipée. W est emmagasinée alternativement dans l'inductance L , et dans la capacitance, l'énergie, elle, est dissipée dans la résistance. Le facteur de qualité s'exprime alors sous une forme simple :

$$Q = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}} \quad (4.25)$$

Dans le cas d'une ligne micro-ruban supraconductrice, la résistance R est remplacée par la résistance de surface R_S . De plus, une approximation analytique de l'inductance linéique à été donnée par Chang. [118] En se basant sur les équations de Maxwell et l'équation de London il obtient :

$$L \simeq \mu_0 \frac{h}{\omega} \frac{1}{K(\omega, h, d_1)} \left[1 + \frac{\lambda_1}{h} \coth \left(\frac{d_1}{\lambda_1} \right) + \frac{\lambda_2}{h} \coth \left(\frac{d_2}{\lambda_2} \right) \right], \quad (4.26)$$

où h est la distance séparant le conducteur central du plan de masse, λ et d sont, respectivement, les longueurs de pénétration de London et les épaisseurs de la ligne et du plan de masse repérés par les indices 1 et 2. Enfin, $K(\omega, h, d)$ est un facteur géométrique.

Jusqu'à maintenant, seul le mécanisme de dissipation interne au résonateur était considéré. Il y a cependant d'autres sources de dissipation, qualifiées d'externe. Le couplage du résonateur avec les ports d'entrée et de sortie, et avec l'environnement dans lequel il se situe peuvent influencer la valeur du facteur de qualité. Toutes ces contributions peuvent être séparées en un facteur de qualité propre à chacune. Le facteur de qualité affecté des différentes contributions, nommé facteur de qualité en charge, se décompose en :

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_{int}} + \frac{1}{Q_{ext}} \quad (4.27)$$

Q_{int} est le facteur de qualité à vide, généralement noté Q_0 , il est déterminé par la résistance de surface du résonateur et la tangente de perte du diélectrique. Q_{ext} est quant à lui principalement dû au couplage avec les ports d'entrée et de sortie. La méthode d'extraction du facteur de qualité à vide à partir des paramètres S est analogue à celle présentée au chapitre 1 :

$$\frac{1}{Q_L} = \frac{1}{Q_0} + \frac{1}{Q_{port1}} + \frac{1}{Q_{port2}}, \quad (4.28)$$

où $Q_{port1} = Q_0/\beta_1$ et $Q_{port2} = Q_0/\beta_2$, soit

$$Q_0 = Q_L \cdot (1 + \beta_1 + \beta_2). \quad (4.29)$$

Le facteur de qualité en charge est

$$Q_L = \frac{1}{\Delta(f_{-3dB})} = \left(\frac{f_{-3dB}}{f_0} - \frac{f_0}{f_{-3dB}} \right)^{-1} \simeq \frac{f_0}{2 \cdot (f_{-3dB} - f_0)}. \quad (4.30)$$

4.4 Réalisation du résonateur supraconducteur

Les couches minces du type TM_{MgO} ayant les meilleures caractéristiques hyperfréquence, ces dernières ont été utilisées pour la réalisation des résonateurs supraconducteurs. Ces couches ont été préparées de la même façon et dans les mêmes conditions que celles du Chapitre 2. Une couche mince d' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ d'une épaisseur de 700 nm est déposée sur les deux faces d'un substrat MgO . Une face est recouverte d'une couche protectrice d'Au de 100 nm . Sur la face $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ vierge nous avons utilisé les procédés de photolithographie et de gravure chimique, illustrés dans Figure 4.6, pour définir le motif présenté, dans la Figure 4.5, dans le film supraconducteur.

La première étape consiste à recouvrir le film $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ d'une couche de résine SPR1813 d'une épaisseur de $1,3\text{ }\mu m$. Un masque en verre, sur lequel un film de chrome a été déposé et gravé dans la forme du motif voulu, est ensuite posé sur la couche de résine. Pendant 10 s l'ensemble est soumis à un rayonnement ultra-violet d'une puissance de 100 W . Seule la zone située sous le masque en chrome ne reçoit pas le rayonnement, la résine ne subit pas de modification et reste en place lors du processus de développement. Un bain d'acide orthophosphorique est utilisé pour dissoudre les zones de la couche $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ non protégées par la résine. Après une étape de décapage de la résine résiduelle à l'acétone, ne subsiste que le motif, le résonateur, à la surface du substrat.

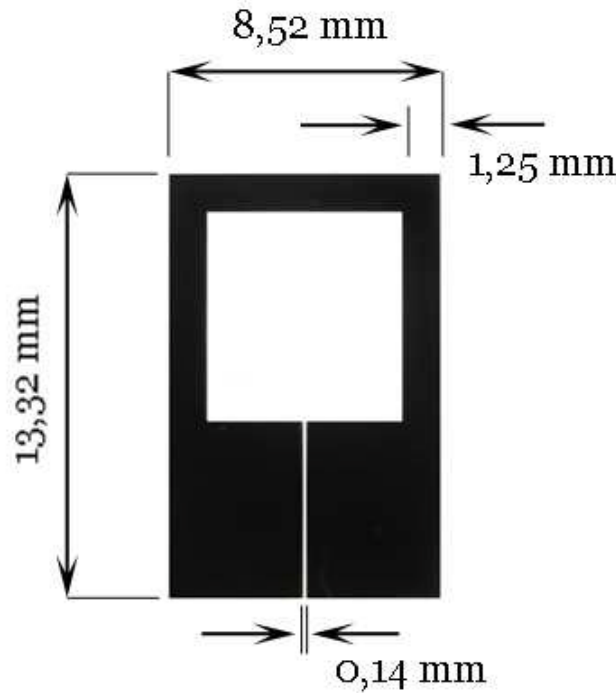


FIGURE 4.5 – Motif gravé sur le masque en chrome définissant le résonateur supraconducteur

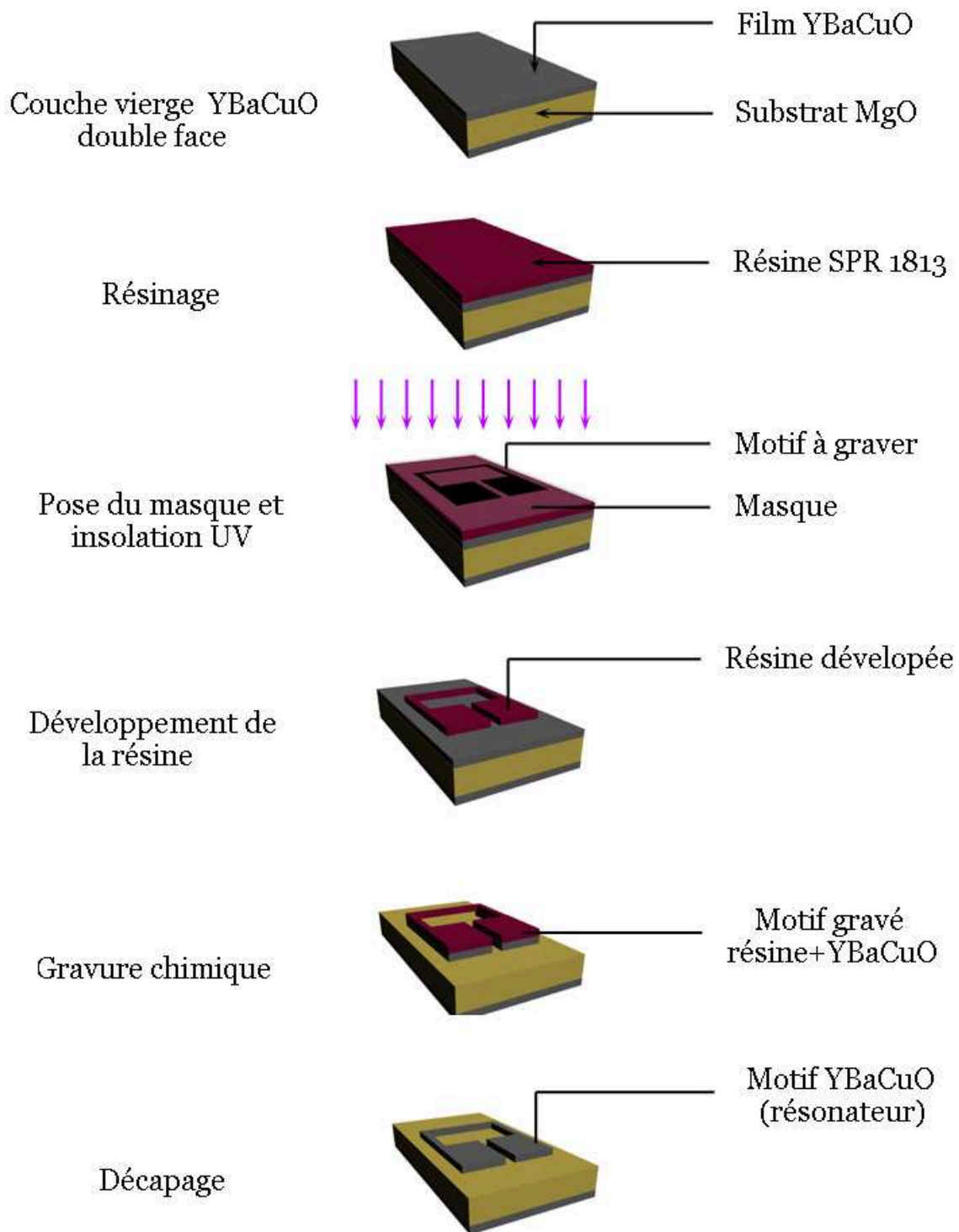


FIGURE 4.6 – Représentation schématique des étapes technologiques nécessaires à la mise en forme d'un résonateur supraconducteur. De bas en haut, la face vierge d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est enrésinée, l'autre face étant recouverte d'une couche d'Au. Un masque en verre, sur lequel est défini un motif en chrome, est posé sur la face résinée. L'ensemble est soumis pendant 10 secondes à un rayonnement ultra-violet. La résine est développée et ne subsiste que les zones masquées par le motif en chrome. Un bain d'acide orthophosphorique est ensuite utilisé pour dissoudre les zones du film supraconducteur non recouvertes par la résine.

4.5 Méthode de mesure

La fréquence de résonance f_0 et le facteur de qualité à vide Q_0 du résonateur supraconducteur ont été mesurés en mode réflexion. Le protocole est identique à celui utilisé lors de la mesure de R_S par la méthode du résonateur diélectrique. Le facteur de surtension Q_0 étant très important pour ces lignes supraconductrices, il n'est plus indispensable d'utiliser un amplificateur micro-onde pour atteindre le régime de haute puissance réactive. L'antenne de couplage est directement reliée à un port de l'analyseur de réseau, et le mode réflexion sélectionné (mesure de S_{11} ou S_{22}). Le couplage entre l'antenne et le résonateur se fait toujours en ajustant la position de l'antenne par rapport à la ligne. Il existe des positions préférentielles

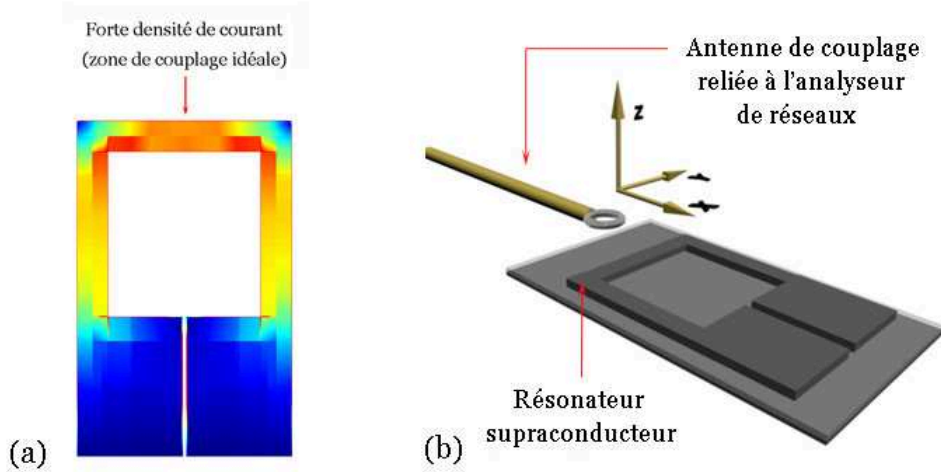


FIGURE 4.7 – (a) Visualisation en échelle de couleur de la répartition de la densité de courant dans la ligne supraconductrice, résultat d'une simulation numérique par le logiciel d'analyse électromagnétique haute fréquence SONNET. (b) Représentation schématique, de la position de l'antenne par rapport au résonateur, en vue de l'obtention du couplage optimum.

pour l'obtention d'un bon couplage. La Figure 4.7(a) présente la distribution des courants dans la ligne supraconductrice. Cette image a été obtenue par simulation numérique grâce au logiciel d'analyse électromagnétique haute fréquence SONNET. Cette image nous permet de repérer les zones de forte densité de courant, idéales pour le couplage électromagnétique. L'antenne est positionnée à proximité de cette zone et sa position ajustée pour maintenir le couplage critique (Figure 4.7(b)). Nous avons mesuré les variations de Q_0 et f_0 avec la température et la puissance micro-onde injectée dans le dispositif cryogénique présenté au chapitre 2.

4.6 Caractéristiques du résonateur supraconducteur

4.6.1 Influence de la température

Les Figures 4.8(a) et 4.8(b) présentent respectivement les dépendances en température : du facteur de qualité et de la fréquence de résonance du résonateur supraconducteur, dans le régime basse puissance .

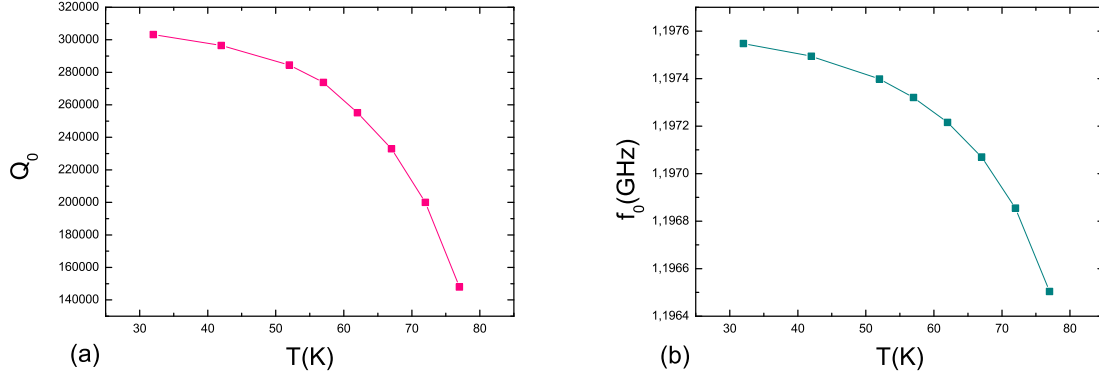


FIGURE 4.8 – Dépendance en température (a) du facteur de qualité à vide Q_0 et (b) de la fréquence de résonance f_0 du résonateur V1 en régime basse puissance

Les deux paramètres présentent le même type de comportement. Q_0 et f_0 subissent une décroissance avec la température, qui s'accroît fortement à partir de 55 K. Q_0 vaut environ 300 000 à 30 K et chute de 50 % lorsque la température augmente de 45 K. Quant à la fréquence de résonance, elle subit, sur la même plage de température, une diminution de 1,05 MHz. Les paramètres R, L et C utilisés pour décrire une ligne résonante dépendent tous de la température. R est ici la résistance de surface du supraconducteur, elle augmente avec la température (Chapitre 3). L'inductance L dépend de T par l'intermédiaire de la longueur de pénétration de London, qui augmente aussi avec T (Équation 4.26). Enfin, la capacité C dépend principalement de la température par le biais de la constante diélectrique du substrat MgO , qui est une fonction croissante de la température (Chapitre 3). Les décroissances observées de Q_0 et de f_0 sont respectivement attribuables à une augmentation de la résistance de surface du supraconducteur et à l'augmentation de l'inductance et de la capacité de la ligne.

4.6.2 Influence de la puissance micro-onde

À température fixe, le facteur de qualité et la fréquence de résonance dépendent aussi de la puissance micro-onde. Lorsque la puissance est augmentée, on observe de plus en plus une forte variation du couplage électromagnétique entre l'antenne et le résonateur. Cette variation, appelée désadaptation, doit être corrigée à chaque point de mesure. Ceci afin de maintenir le couplage critique, nécessaire pour connaître avec précision le niveau de puissance injecté. La Figure 4.9 compare l'évolution de $f_0(P_{rf})$ dans les cas où le couplage critique est ou n'est pas maintenu.

Lorsque le couplage n'est pas ajusté à sa valeur critique, la fréquence de résonance est mesurée dans le régime de sous-couplage. Nous sommes dans ce cas certains que l'antenne ne perturbe pas le résonateur. En conséquence, la décroissance observée n'est due qu'à la réponse de la ligne supraconductrice aux radiations hyperfréquences. Plus précisément, les longueurs de pénétration λ_1 et λ_2 , relatives à la ligne et au plan de masse, augmentent avec le champ magnétique hyperfréquence, et ce pour deux raisons. Premièrement, nous le verrons dans la suite de ce chapitre, la puissance micro-onde induit un phénomène d'échauffement analogue à celui présenté dans le Chapitre 2. Deuxièmement, la pénétration du champ magnétique H_{rf} sous la

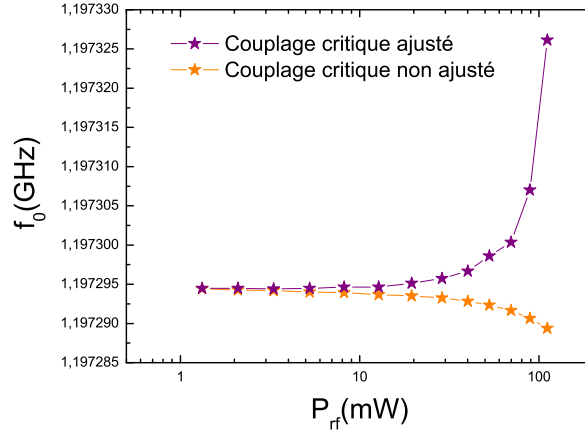


FIGURE 4.9 – Dépendance à la puissance micro-onde de la fréquence de résonance f_0 du résonateur supraconducteur dans les cas où le couplage critique est (courbe violette) ou pas (courbe orange) ajusté.

forme de vortex doit très certainement intervenir en régime haute puissance micro-onde. Les données présentées par la suite ont donc été obtenues après ajustement du couplage critique.

Ne pas maintenir le couplage critique lorsque P_{rf} augmente, engendre une forte incertitude sur le niveau de puissance reçue par le résonateur ; il ne reçoit pas totalement la puissance émise. En pratique, pour éliminer cette incertitude, le réajustement du couplage se fait en rapprochant l'antenne du résonateur à mesure que la puissance augmente. La Figure 4.9 montre que dans ce cas la fréquence de résonance augmente avec la puissance micro-onde. Ce phénomène a été rapporté par d'autres groupes ayant étudié l'influence de la constante couplage électromagnétique sur la fréquence de résonance de divers types de cavités. Les résultats montrent que le facteur géométrique K dans l'Équation 4.26 est une fonction croissante de la constante de couplage. Cette augmentation entraîne une diminution de l'inductance, qui à son tour entraîne une augmentation de la fréquence f_0 . La réponse du matériau supraconducteur aux hyperfréquences est cachée par la variation du facteur géométrique de la cavité. L'erreur engendrée par le maintien du couplage critique sur la valeur de Q_0 se situe aux alentours de 4 %. Nous l'avons jugée acceptable au regard de l'incertitude sur le niveau de puissance lorsque les mesures se font de manière désadaptée.

La figure 4.10(a) présente l'influence de la puissance micro-onde réactive sur le facteur de qualité Q_0 du résonateur supraconducteur à différentes températures. La figure 4.10(b) présente les mêmes données normalisées par rapport à $Q_0(1 \text{ W})$.

Le facteur de qualité à vide Q_0 demeure constant (régime basse puissance) tant que la puissance réactive P_{rf} ($P_{rf} = Q_L \times P_{in,rf}$) ne dépasse pas une certaine notée $P_{nl,rf}$. Au-delà, on observe une nette décroissance. La température de la tête froide a une influence sur la valeur de Q_0 en régime basse puissance, le facteur de qualité diminue lorsque la température augmente (en accord avec le résultat de la figure 4.8 (a)). $P_{nl,rf}$ dépend aussi fortement de la température, à 77 K le régime non-linéaire intervient dès 1 W, alors que cette valeur augmente de près d'un ordre de grandeur lorsque l'on abaisse la température de 20 K (Fig 1.10 (b)).

L'énergie, dans le résonateur, est stockée alternativement au cours d'une période

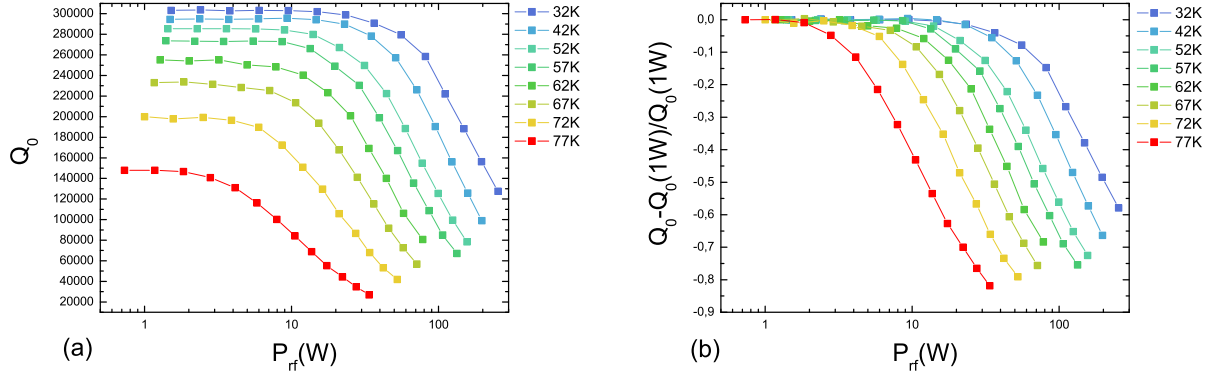


FIGURE 4.10 – Dépendance en puissance ($P_{rf} = Q_L \times P_{injectee}$) (a) du facteur de qualité à vide et (b) du facteur de qualité à vide normalisé pour différentes températures de tête froide du résonateur. $Q_0(min)$ est la valeur à basse puissance.

dans l'inductance et dans la capacitance de la ligne. Dans les deux cas, Q_0 est inversement proportionnel à la résistance de surface du supraconducteur. La décroissance observée du facteur de qualité est due à une augmentation de la résistance de surface du matériau supraconducteur avec la puissance micro-onde.

4.6.3 Discussion

Un gain significatif de la pureté spectrale de l'oscillateur local, basé sur le résonateur supraconducteur, peut être considéré comme significatif si la valeur de Q_0 du résonateur est supérieure ou égale à 150 000. Cette valeur est atteinte dès 77 K, une température relativement facile à obtenir avec les systèmes cryogéniques actuels. L'autre paramètre important est la capacité du résonateur à maintenir la valeur $Q_0 = 150000$ jusqu'à une puissance réactive de l'ordre de 50 W. La Figure 4.10(b) montre que Q_0 chute trop rapidement. Le résultat de la simulation numérique présenté Figure 4.7(a), qui traite le résonateur en tant que conducteur parfait, montre que la distribution des courants n'est pas uniforme. La densité de courant est très forte dans les coins de celui-ci. Comme il s'agit d'une ligne supraconductrice, cette forte densité de courant a deux effets : à cause de la symétrie non-conventionnelle du paramètre d'ordre de l' $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, l'excitation des quasiparticules dans ces zones est très importante, ce qui induit des pertes par effet Joule. D'autre part le champ magnétique induit autour de la ligne est lui aussi très important. Dans ce dernier cas, le courant d'écrantage peut, à mesure que la puissance augmente, dépasser la valeur du courant critique et engendrer une pénétration de vortex dans la ligne. Ce mécanisme contribuera à la dissipation de l'énergie sous forme de chaleur.

La géométrie du résonateur semble jouer un rôle important sur la dégradation du facteur de qualité. Pour obtenir des puissances seuil suffisamment élevées, il faut diminuer la densité de courant dans les coins du résonateur, en jouant sur la géométrie. La Figure 4.11 est le résultat d'une simulation numérique, réalisée à l'aide du logiciel SONNET, qui compare la distribution du courant dans un résonateur supraconducteur où l'un des angles droit a été remplacé par un arrondi. Le profil dans la Figure 4.11(b) réalisé selon le trait noir dans la Figure 4.11(a) indique une augmentation

de la valeur du courant sur le côté extérieur du coin arrondi. Cette augmentation est la conséquence d'une redistribution du courant dans la ligne supraconductrice. Par ailleurs, la valeur maximale du courant dans la partie intérieure du coin arrondis est deux fois plus petite que celle du courant dans la partie intérieure du coin à angle droit. Ce résultat nous a amenés à redéfinir la géométrie du résonateur en faisant disparaître tous les angles droits.

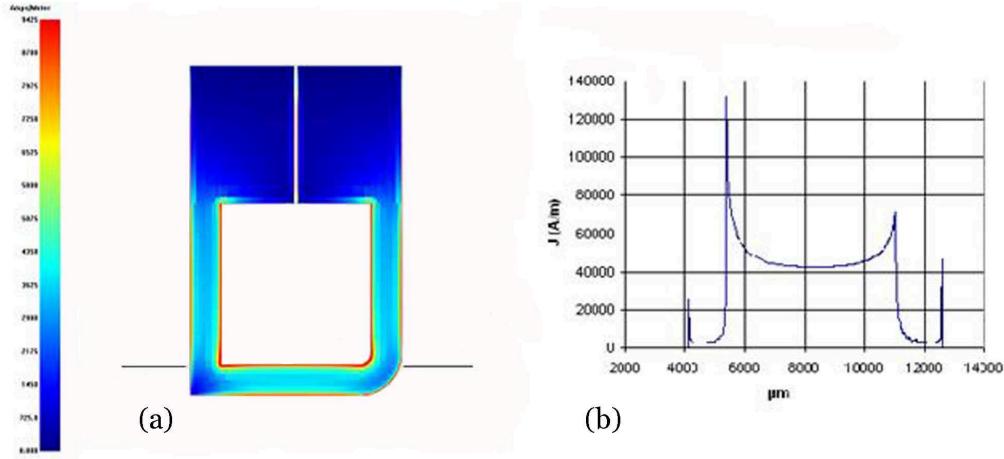


FIGURE 4.11 – (a) Répartition des courants dans un résonateur supraconducteur où l'un des angles droits a été remplacé par un arrondi. (b) graphique représentant le courant en fonction de la position sur la ligne supraconductrice le long d'une coupe réalisée selon le trait noir de la figure (a)

La deuxième version du résonateur supraconducteur 1 GHz est présentée dans la Figure 4.12.

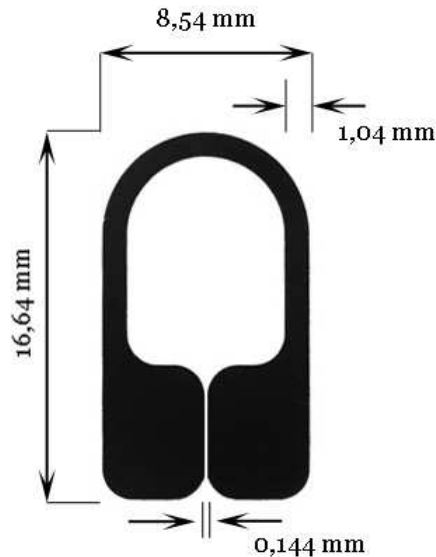


FIGURE 4.12 – Motif gravé sur le masque en chrome définissant le résonateur supraconducteur où les coins ont été arrondis.

Ce résonateur a été élaboré à partir du même type de film mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ que le résonateur à angle droit. La longueur de la ligne est identique. Le paramètre géométrique K dans l'Équation 4.26, qui définit l'inductance de la ligne, ne semble

pas avoir été affecté de manière importante, car la fréquence de résonance du mode fondamental reste comparable à celle de la première version du résonateur.

4.7 Caractéristique du résonateur supraconducteur modifié

Le protocole de mesure est identique au cas précédent. Nous avons mesuré les caractéristiques Q_0 et f_0 du résonateur arrondi en fonction de la température et de la puissance micro-onde.

4.7.1 Influence de la température

La figure 4.13 présente la dépendance en température de Q_0 (Fig 1.13 (a)) et de f_0 (Fig 1.13 (b)) du résonateur supraconducteur arrondi, dans le régime basse puissance micro-onde. Ces deux paramètres présentent sur une plage de température de 30 K à 80 K une décroissance similaire. Comme dans le cas du résonateur à angle droit, la diminution observée du facteur de qualité est due à une augmentation de la résistance de surface. Les variations, avec la température, de l'inductance et de la capacité de la ligne sont responsables du comportement de la fréquence de résonance.

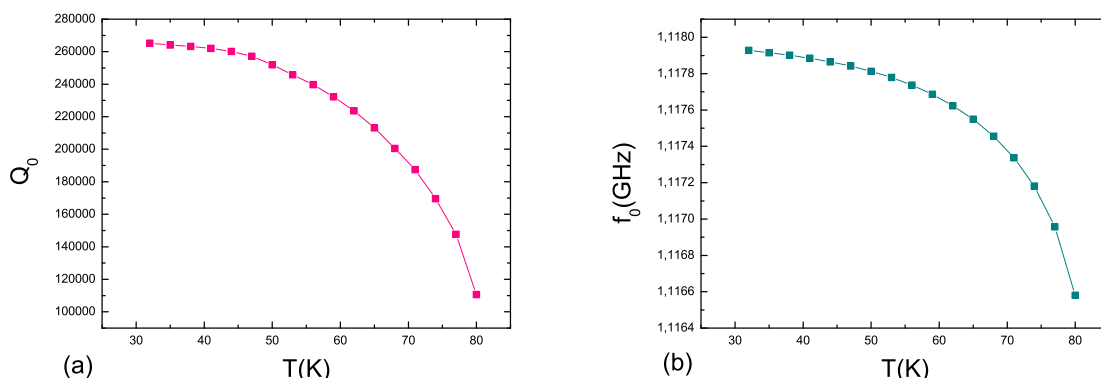


FIGURE 4.13 – Dépendance en température (a) du facteur de qualité à vide Q_0 et (b) de la fréquence de résonance f_0 du résonateur arrondi en régime basse puissance

4.7.2 Influence de la puissance micro-onde

La dépendance en puissance du facteur de qualité à vide du résonateur arrondi est présenté dans la Figure 4.14 (a) pour des températures de la tête froide de 50 K, 60 K, 70 K et 77 K. La Figure 4.14 (b) présente les mêmes données, normalisées par la valeur de Q_0 à 1 W. Le résonateur arrondi maintient la valeur de Q_0 au niveau de sa valeur en régime basse puissance sur une plage de puissance plus importante que le résonateur à angle droit.

On observe toujours deux régimes d'évolution, en-dessous d'une valeur seuil de la puissance micro-onde, Q_0 ne dépend pas de la puissance micro-onde et chute brutalement au-delà. L'origine du phénomène observé reste due à l'augmentation de la résistance de surface du matériau supraconducteur avec P_{rf} .

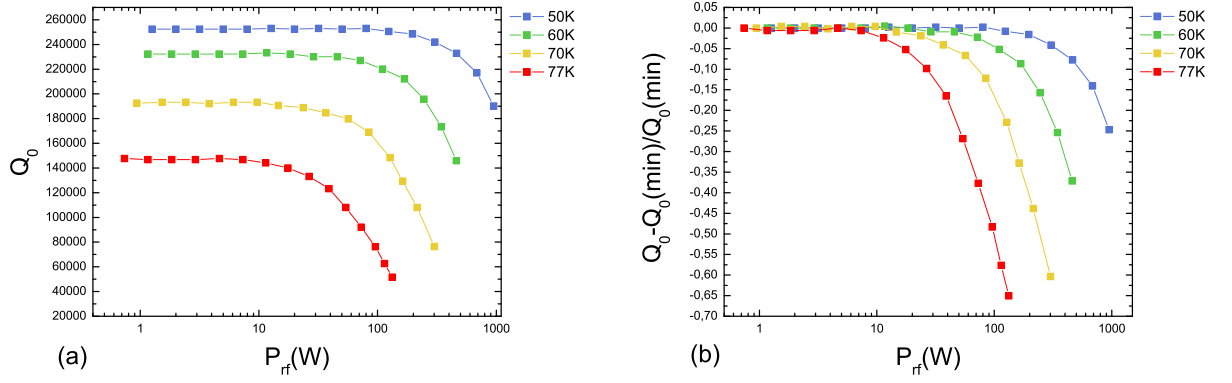


FIGURE 4.14 – Dépendance en puissance réactive ($P_{rf} = Q_L \times P_{injectee}$) pour différentes températures (a) du facteur de qualité à vide et (b) du facteur de qualité à vide normalisé du résonateur arrondi. $Q_0(\min)$ est la valeur à basse puissance.

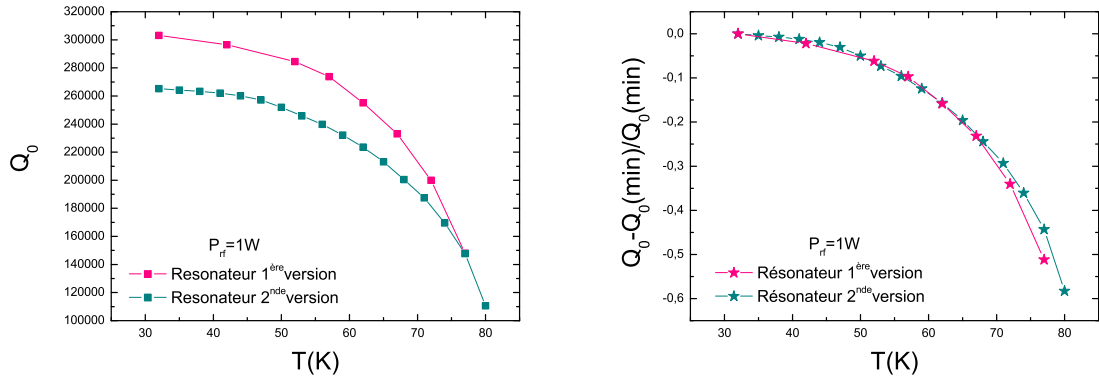


FIGURE 4.15 – Comparaison de la dépendance en température (a) du facteur de qualité à vide et (b) du facteur de qualité normalisé des résonateurs à angles droits (1ère Version) et arrondis (2ème Version).

4.7.3 comparaison des deux versions du résonateur 1 GHz

Qualitativement le facteur de qualité et la fréquence de résonance des résonateurs à angle droit et arrondis présentent la même décroissance avec la température. Il reste maintenant à comparer cette évolution d'un point de vue quantitatif. La figure 4.15(a) compare la dépendance en température du facteur du Q_0 des deux versions du résonateur 1GHz. On observe premièrement qu'à basse température (30 K) le Q_0 du résonateur à angle droit présente une valeur inférieure de 40 000 par rapport au Q_0 du résonateur arrondi. En normalisant les deux courbes par rapport à la valeur de $Q_0(30K)$ la dépendance en température apparaît strictement équivalente. Le décalage observé provient sans aucun doute de la position de la boucle de couplage pendant la mesure. En effet, il n'existe pas de position unique permettant d'obtenir le couplage critique. Plusieurs combinaisons entre la hauteur et la distance de l'antenne par rapport au résonateur sont possibles. Certaines d'entre elles induisent une situation défavorable pour le résonateur, qui se trouve influencé par la boucle ; ceci

se manifeste par une dégradation du facteur de qualité. Il est cependant possible de mesurer la valeur de Q_0 , dans le régime basse puissance, avec exactitude en utilisant la technique de mesure en transmission décrite dans le chapitre 2. Dans ce cas les boucles de couplage n'influencent pas la valeur de Q_0 car ces mesures se réalisent en régime sous-couplé. Les mesures en mode transmissions montrent que les valeurs de Q_0 des deux versions des résonateurs sont en réalité très proches.

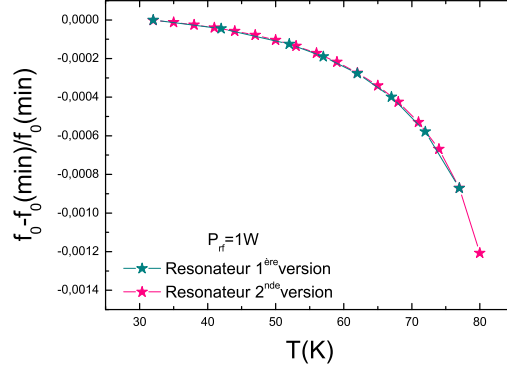


FIGURE 4.16 – Comparaison de la dépendance en température de la fréquence de résonance normalisée par la valeur à 30 K en régime basse puissance des résonateurs à angles droits (1^{ère} Version) et arrondis (2^{ème} Version).

Nous comparons dans la Figure 4.16 la dépendance en température de la fréquence de résonance des résonateurs à angles droits et arrondis. Aucune différence dans la dépendance en température de f_0 n'est observée entre les deux résonateurs. Il semble que dans le régime basse puissance micro-onde, la géométrie des angles n'ait aucune influence sur les caractéristiques $Q_0(T)$ et $f_0(T)$. Le comportement observé n'est dû qu'aux propriétés des matériaux utilisés ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pour la ligne et MgO pour le substrat)

L'influence de la géométrie est en revanche très nette sur la dépendance en puissance micro-onde. Les figures 4.17 (a,b,c et d) illustrent les caractéristiques $Q_0(P_{rf})$ des résonateurs à angles droits et arrondis à respectivement 77 K, 70 K, 60 K et 50 K.

La valeur de la puissance seuil $P_{nl,rf}$ du résonateur à angles arrondis est, pour les quatre températures, supérieur d'un ordre de grandeur à celle du résonateur à angles droits. La décroissance du facteur de qualité apparaît à une puissance beaucoup plus importante lorsqu'il s'agit de la version arrondi. L'objectif d'une tenue en puissance du facteur de qualité de 50 W est atteint si la température est de l'ordre de 60 K. Les mécanismes de dissipation qui induisent la dégradation du facteur de qualité sont identiques dans les deux cas, ils sont en revanche retardés dans le cas du résonateur arrondi du fait de la diminution de la densité de courant dans les coins du résonateur. L'excitation par le champ hyperfréquence des quasi-particules et/ou la pénétration de vortex mis en oscillation par le signal micro-onde induisent une dissipation de l'énergie qui doit se manifester par une élévation en température.

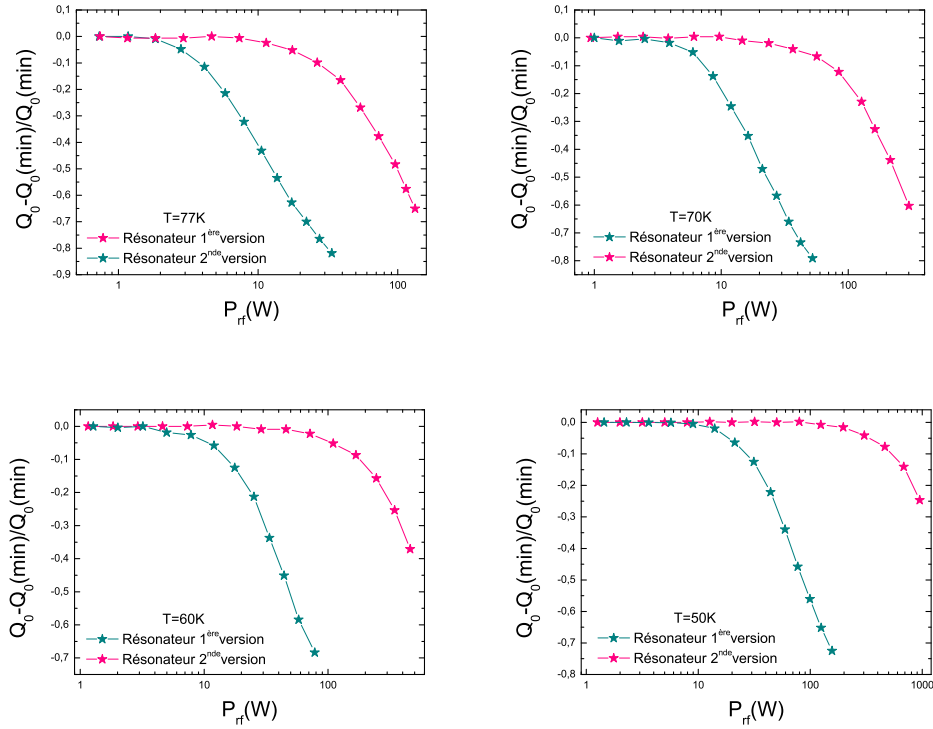


FIGURE 4.17 – Comparaison de l'évolution du facteur de qualité avec la puissance micro-onde réactive des résonateurs supraconducteurs à angle droit (1 ère Version) et arrondi (2 ème Version) pour des températures de (a) 77 K, (b) 70 K, (c) 70 K et (d) 50 K

4.8 Mise en évidence du phénomène d'échauffement dans les résonateurs en régime forte puissance

L'influence de l'ajustement du couplage critique sur la variation de f_0 des résonateurs empêche d'utiliser la méthode de calibration de f_0 en régime basse puissance. pour mettre en évidence un échauffement. Il faut donc trouver une méthode de mesure directe de la variation en température des résonateurs supraconducteurs avec la puissance micro-onde. L'usage de sondes classiques (platine, diodes ...) est à proscrire, en raison des différentes interactions pouvant se produire entre le câblage ou la sonde elle-même et le résonateur supraconducteur. Nous avons montré dans le chapitre précédent comment la fréquence de résonance d'un résonateur diélectrique en TiO_2 peut être utilisée comme sonde de température ; on applique cette méthode dans ce qui suit.

4.8.1 Méthode de mesure

Le résonateur rutile est posé sur le substrat MgO au centre du résonateur supraconducteur, Figure 4.18. L'épaisseur de $500 \mu m$ de MgO entre le résonateur TiO_2 et le plan de masse supraconducteur fait que f_{0,TiO_2} passe d'environ $10 GHz$ à $8 GHz$.

La faible tangente de perte du rutile et la distance entre la ligne supraconductrice et le résonateur diélectrique, ainsi que l'écart entre f_{0,TiO_2} et $f_{0,supra}$, de l'ordre de

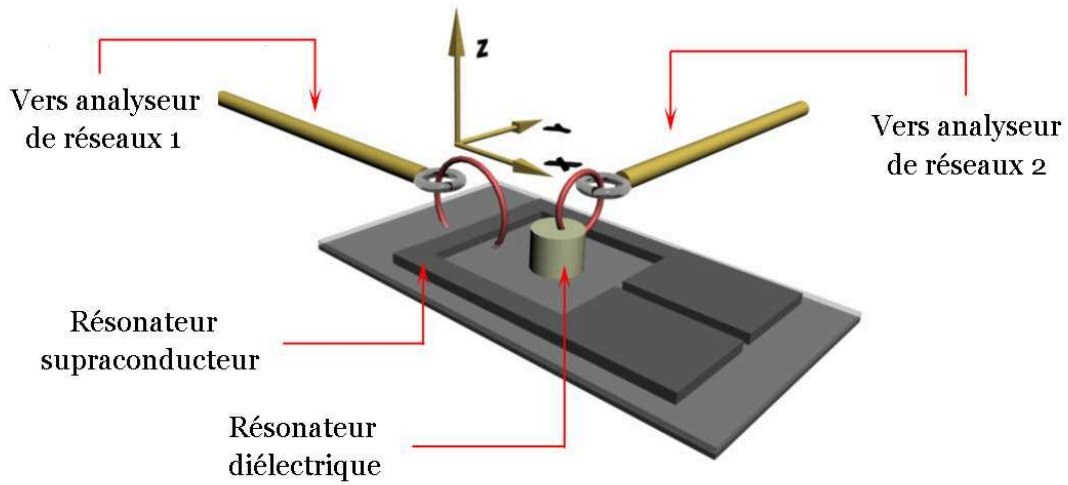


FIGURE 4.18 – Représentation schématique du principe de mesure de l'élévation en température du résonateur supraconducteur par un résonateur diélectrique

6 GHz, assurent que les performances du résonateur supraconducteur ne sont pas dégradées. Les deux résonateurs sont excités séparément par deux antennes, chacune reliée à un analyseur de réseau différent, dans le but de découpler les sources hyperfréquences. La puissance hyperfréquence injectée au résonateur supraconducteur varie de -10 dBm à +4 dBm par pas de 2 dBm. À chaque valeur de puissance, le facteur de qualité Q_0 du résonateur supraconducteur et la fréquence de résonance de $f_{0,rutile}$ du résonateur rutile sont mesurés.

4.8.2 Résultats

La figure 4.19 met en parallèle la variation du Q_0 du résonateur supraconducteur et la température du résonateur diélectrique, obtenue via sa fréquence de résonance, en fonction de la puissance micro-onde réactive P_{rf} injectée à la ligne supraconductrice. Les figures 4.19(a) et 4.19(b) concernent la version résonateur supraconducteur à angles droits pour deux températures de tête froide, respectivement 75 K et 60 K tandis que les Figure 4.19(c) et 4.19 (d) concerne la version arrondie du résonateur pour respectivement 75 K et 60 K.

Les quatre séries de courbes montrent une augmentation de la température du résonateur diélectrique à partir d'une valeur seuil de P_{rf} . Cette valeur est identique à $P_{rf,nt}$, qui définit la limite basse puissance dans la caractéristique $Q_{0,supra}(P_{rf})$. Ce résultat montre de manière non ambiguë que la décroissance du facteur de qualité, en régime haute puissance, est caractérisée par une élévation en température de la ligne supraconductrice. L'effet à priori non-linéaire observé dans les performances des résonateurs supraconducteurs est, en fait dû à l'effet Joule engendré par une dissipation linéaire. Ce mécanisme est identique à celui observé dans la mesure de R_S par la méthode du résonateur diélectrique. La sonde de température, c'est-à-dire le résonateur en rutile, étant placée au centre du résonateur supraconducteur, on ne mesure pas exactement la température de la ligne $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$, mais une valeur modifiée par le gradient en température qui existe entre le supraconducteur et le résonateur diélectrique. Ce gradient est déterminé par la qualité des films supraconducteurs utilisés et la conductivité thermique du substrat. La très bonne reproductibilité du processus de croissance de THEVA et le fait que les substrats utilisés

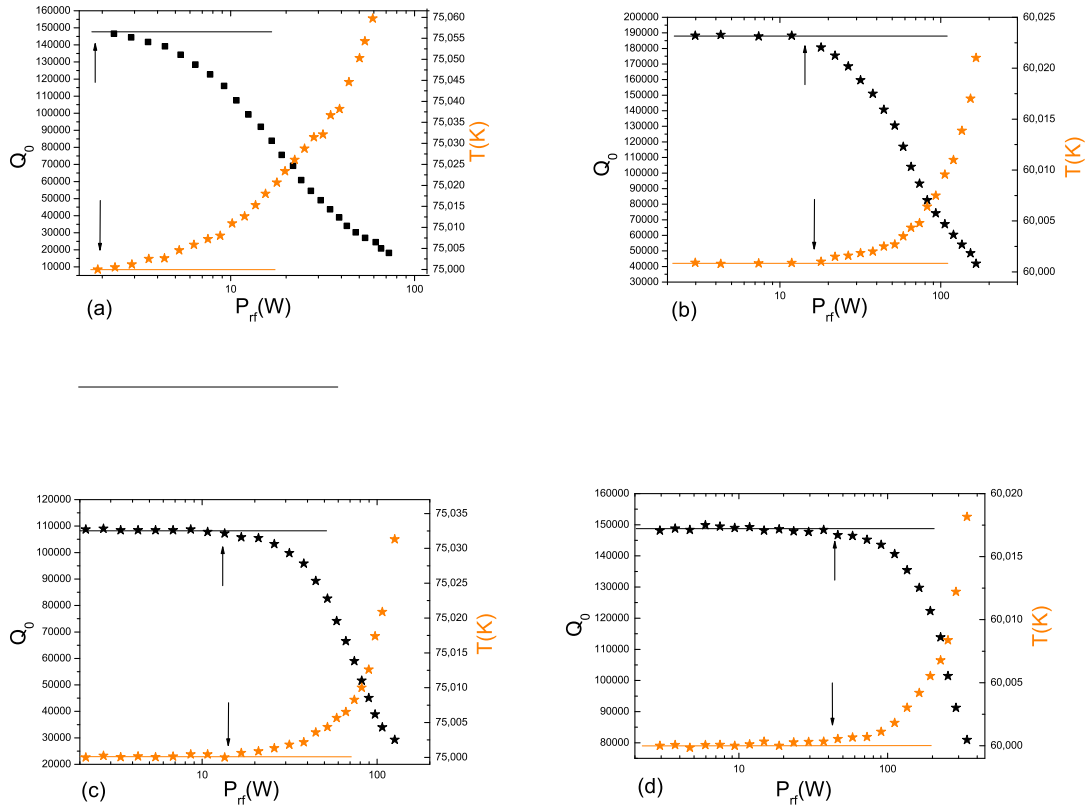


FIGURE 4.19 – Courbes noires : variation du facteur de qualité Q_0 des résonateurs supraconducteurs à angle droit à 75 K (a) et 60 K (b) et angle arrondis à 75 K (c) et 60 K (d). Courbes oranges : Variation de la température mesurée au centre des résonateurs supraconducteurs à angle droits à 75 K (a) et 60 K (b) et angles arrondis à 75 K (c) et 60 K (d)

soient identiques (MgO) nous permet de comparer dans la Figure 4.20 l'influence de la forme de la ligne $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ sur l'échauffement.

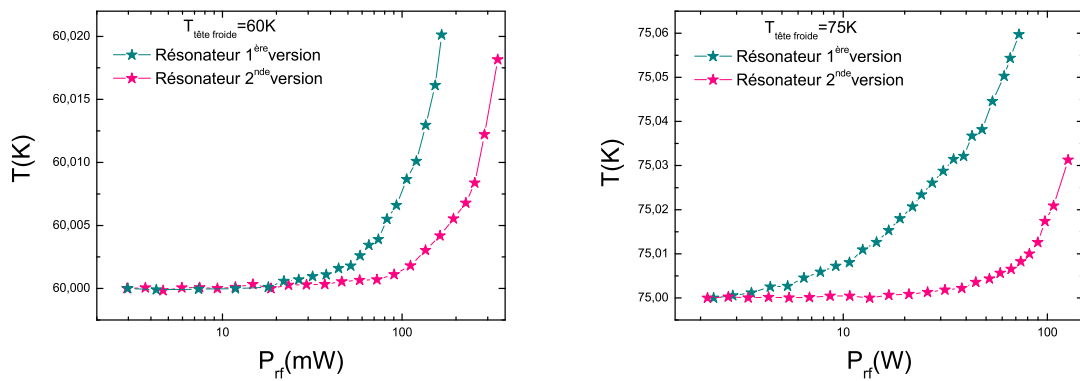


FIGURE 4.20 – Comparaison de l'élévation en température avec la puissance micro-onde au centre des résonateurs supraconducteurs à deux températures de tête froide (a) 60 K et (b) 75 K

Il apparaît très nettement qu'à puissance égale dans le régime non-linéaire, le résonateur à angle droit s'échauffe plus que le résonateur arrondi. La redistribution des courants dans la ligne, engendrée par la suppression des angles droits à joué un rôle important dans l'amélioration de la tenue en puissance. Le phénomène de dissipation n'est toutefois pas éliminé mais suffisamment retardé pour obtenir les caractéristiques désirées.

4.9 Conclusions

Nous avons dans un premier temps utilisé la théorie des lignes pour définir les paramètres caractéristiques R, L et C d'un résonateur coplanaire. Notre résonateur est constitué d'une ligne micro-ruban supraconductrice, gravée dans un film mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ déposé sur un substrat de MgO . Une seconde couche mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ est présente sur l'envers du substrat MgO et constitue le plan de masse du résonateur. Dans cette configuration, le paramètre R est la résistance de surface du supraconducteur. L'inductance L de la ligne résonante est déterminée par la forme du résonateur, mais est aussi fonction de la longueur de pénétration de London λ_L du matériau $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Enfin la capacité C est imposée par l'épaisseur et par la constante diélectrique du substrat. Le but à atteindre était la réalisation d'un résonateur supraconducteur, présentant un facteur de qualité suffisant, environ 150 000, sur une large plage de puissance, jusqu'à 50 W, afin d'améliorer la pureté spectrale d'un oscillateur local à 1 GHz. Dans une première version, le résonateur supraconducteur réalisé présentait un facteur de qualité tout à fait satisfaisant mais chutait très rapidement avec la puissance micro-onde. Cette limitation est en majeure partie due à l'augmentation de la résistance de surface de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. Des simulations numériques ont montrées que la densité de courant était très forte dans les coins à angles droits du résonateur. De ce fait, l'excitation des quasi-particules et la pénétration de vortex sont elles aussi très importantes ce qui induit la dissipation. Les simulations montrent une redistribution des courants lorsque les coins à angles droits sont remplacés par des arrondis. On observe une diminution de 50 % de la valeur de la densité de courant sur le bord intérieur des angles arrondis par rapport aux angles droits. Ces résultats nous ont amenés à redéfinir la géométrie du résonateur supraconducteur en faisant disparaître tout les angles droits. Dans la deuxième version, le résonateur présente un facteur de qualité, en régime basse puissance, comparable à celui de la première version. En revanche, sa capacité à maintenir un fort facteur de qualité avec la puissance micro-onde à été améliorée d'au moins un ordre de grandeur. L'objectif de tenue en puissance est atteint à partir de 60 K. Le phénomène de dissipation n'a pas été éliminé mais retardé. L'échauffement responsable de l'augmentation de R_S à été mis en évidence dans les deux versions de résonateurs. Un résonateur diélectrique en TiO_2 fonctionnant à 8 GHz, posé sur le résonateur supraconducteur à été utilisé comme sonde de température. Par la mesure simultanée de la fréquence de résonance du résonateur en rutile et du facteur de qualité du résonateur supraconducteur, nous avons montré que la décroissance de Q_0 avec P_{rf} était caractérisée par une élévation en température de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, entraînant l'augmentation de sa résistance de surface.

Chapitre 5

Imagerie magnéto-optique

5.1 Introduction

L'imagerie magnéto-optique (MO) est une technique de choix pour l'étude des propriétés électrodynamiques des matériaux supraconducteurs. Cette méthode permet une visualisation directe et globale de la pénétration du flux magnétique dans ce type d'échantillons et de remonter par exemple, aux paramètres de la supraconductivité tels que la température critique T_c , les premier champ critique H_{c1} des supraconducteurs de type 2 ou encore la densité de courant critique J_c . L'étude de la dynamique des vortex et de leurs différentes phases d'agrégation est aussi possible [119, 124]. D'un point de vue des applications l'imagerie magnéto-optique se révèle particulièrement intéressante en tant qu'outil de contrôle non destructif de la qualité d'échantillons et des dispositifs supraconducteurs, ainsi que l'impact des procédés technologiques [125]. Un banc expérimental pour l'imagerie a été spécialement conçu au cours de cette thèse et construit au sein du Laboratoire des Solides Irradiés. L'originalité de notre dispositif est de pouvoir réaliser les mesures d'impédance de surface simultanément à la prise d'image magnéto-optique.

5.2 L'effet Faraday

Le principe physique à la base de ce type d'expérimentation est l'effet Faraday découvert en 1848 par Michael Faraday. Il se résume à la rotation du plan de polarisation subie par une onde lumineuse lors de sa traversée dans un matériau optiquement actif sous l'action d'un champ magnétique extérieur, ceci est illustré dans la Figure 5.1. Pour $H_{ext} < H_k$, dit champ d'anisotropie, la rotation du plan de polarisation suit la loi de Faraday

$$\theta_f = \vartheta \times H_{ext} \times d, \quad (5.1)$$

où θ_f est l'angle de rotation Faraday, ϑ la constante de Verdet caractéristique du matériau, H_{ext} le champ magnétique appliqué, et d l'épaisseur du matériau.

La rotation Faraday est en lien direct avec le comportement des électrons dans le champ électromagnétique de l'onde lumineuse et, par conséquent, de l'aimantation du milieu optiquement actif. Pour $H_{ext} > H_k$, la rotation θ_f sature à cause de l'alignement complet de l'aimantation M_s au sein du matériau avec le champ appliqué. L'effet Faraday est indépendant du sens de propagation de la lumière dans le matériau.

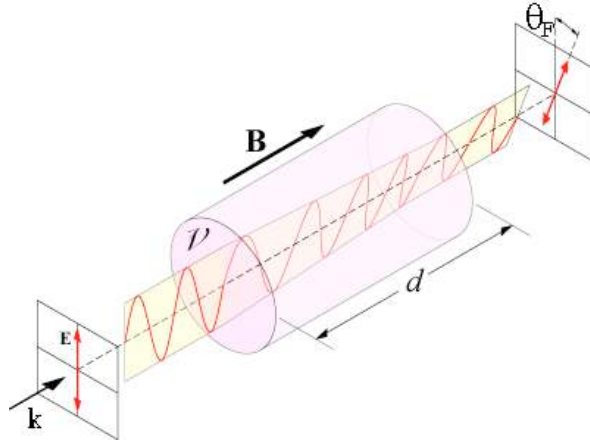


FIGURE 5.1 – Illustration de l'effet Faraday : une onde lumineuse linéairement polarisée traversant un milieu optiquement actif en présence d'un champ magnétique appliqué dans la direction de propagation. La lumière, de vecteur d'onde k voit son champ électrique E subir une rotation d'angle θ_f

Dans le cas où l'onde lumineuse subit une réflexion à l'interface entre le grenat et un milieu différent, les effets magnéto-optiques ne s'annulent pas mais s'ajoutent

$$\theta_f = \theta_{f,incident} + \theta_{f,reflechi} \quad (5.2)$$

L'effet Faraday peut être mis en évidence par l'équation classique du mouvement des électrons dans la matière et des équations de Maxwell [126]. D'après la loi fondamentale de la mécanique, le mouvement des électrons dans la matière est régi par l'équation :

$$m \frac{\partial^2 \vec{r}}{\partial t^2} = -m\omega_0 \vec{r} - e \left(\vec{E} + \frac{\partial \vec{r}}{\partial t} \times \vec{B} \right) \quad (5.3)$$

en considérant la force magnétique due au champ de l'onde comme négligeable devant la force électrique. La polarisation volumique \vec{P} s'écrit $\vec{P} = -ne\vec{r}$, en notation complexe, $\vec{E} = \vec{E}_0 \exp(-i\omega t)$, on obtient :

$$m(\omega_0^2 - \omega^2) \vec{P} = ne^2 \vec{E} + i\omega e B \vec{P} \times \vec{e}_z. \quad (5.4)$$

On en déduit :

$$\vec{E} = \frac{1}{\epsilon_0 \chi_e} \left(\vec{P} - i\beta \vec{P} \times \vec{P} \right) \quad (5.5)$$

avec : $\chi_e = \frac{ne^2}{m\epsilon_0} \frac{1}{\omega_0^2 - \omega^2} = \frac{\omega_p^2}{\omega_0^2 - \omega^2}$ et $\beta = \frac{\omega\omega_c}{\omega_0^2 - \omega^2}$.

En explicitant on trouve :

$$\vec{E} = \frac{1}{\epsilon_0 \chi_e} \begin{bmatrix} 1 & -i\beta & 0 \\ i\beta & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \vec{P} = \frac{1}{\epsilon_0 [\chi]} \vec{P} \quad (5.6)$$

Le tenseur de susceptibilité électrique s'écrit donc :

$$[\chi] = \begin{bmatrix} \frac{\chi_e}{1 - \beta^2} & i\frac{\beta\chi_e}{1 - \beta^2} & 0 \\ -i\frac{\beta\chi_e}{1 - \beta^2} & \frac{\chi_e}{1 - \beta^2} & 0 \\ 0 & 0 & \chi_e \end{bmatrix} \quad (5.7)$$

la constante diélectrique relative s'exprime en fonction du tenseur de susceptibilité électrique : $[\epsilon_r] = [1] + [\chi]$. D'autre par, $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$ implique $\vec{k} \cdot \vec{B} = 0$ et $\vec{\nabla} \cdot \vec{D} = 0$ s'écrit :

$$\vec{k} \cdot [\epsilon_r] \vec{E} = 0 \quad (5.8)$$

soit

$$([\epsilon_r] \vec{E})_z = (1 + \chi_{33}) E_z = 0 \quad (5.9)$$

Les champs \vec{E} et \vec{B} sont transverses. Les deux autres équations de Maxwell s'expliquent selon :

$$\vec{k} \times \vec{E} - \omega \vec{B} = 0 \quad (5.10)$$

et

$$\vec{k} \times \vec{B} + \frac{\omega}{c^2} [\epsilon_r] \vec{E} = 0 \quad (5.11)$$

d'où

$$\vec{k} \times \vec{k} \times \vec{E} = k^2 \vec{E} = -\frac{\omega^2}{c^2} ([\epsilon_r] \vec{E}) = -k_0^2 ([\epsilon_r] \vec{E}) \quad (5.12)$$

L'équation $k^2 \vec{E} = -k_0^2 ([\epsilon_r] \vec{E})$ admet des solutions non nulles pour $\vec{E} = E_x \vec{e}_x + E_y \vec{e}_y$ si le déterminant de la matrice :

$$\begin{bmatrix} 1 + \chi_{11} - n^2 & i\beta\chi_{11} \\ i\beta\chi_{11} & 1 + \chi_{11} - n^2 \end{bmatrix} \quad (5.13)$$

où $n^2 = \frac{k_0^2}{k^2}$, est nul, soit

$$n_{\pm}^2 = 1 + \chi_{11} \mp \beta\chi_{11} \quad (5.14)$$

il vient, en reportant la valeur de n_{\pm}^2 dans l'équation d'onde :

$$(1 + \chi_{11} - n_{\pm}^2) E_x + i\beta\chi_{11} E_y \quad (5.15)$$

soit

$$E_y = \pm i E_x \quad (5.16)$$

L'onde est donc circulaire gauche pour le signe + et droite pour le signe -. Une onde polarisée rectilignement peut être considérée comme la superposition de deux ondes polarisées circulairement, l'une à droite et l'autre à gauche. Dans le milieu, ces ondes se propagent avec des vitesses différentes (c/n_+ et c/n_-). Lorsque ces ondes traversent du milieu optiquement actif, elles se superposent pour donner une onde rectiligne dont le plan de polarisation a tourné d'un angle θ_f . C'est la rotation Faraday, cet angle est la demi différence des déphasages occasionnés par la traversée du milieu optiquement actif. Par conséquent :

$$\theta_f = \omega d(n_- - n_+)/2c \quad (5.17)$$

La rotation Faraday est proportionnelle au champ magnétique axial B et à la distance d sur laquelle la lumière traverse le milieu magneto-optique : $\theta_f = \vartheta B d$ où ϑ , la constante de Verdet dépend du matériau et de la longueur d'onde.

Par une approche semi-classique J. Larmor en 1898 [127] proposa une relation simple entre la constante de Verdet, la dépendance sur la longueur d'onde et sur l'indice de réfraction du milieu :

$$\vartheta = -\frac{e}{2mc} \lambda \frac{dn}{d\lambda}; \quad (5.18)$$

e est la charge de l'électron, m la masse de l'électron, c la vitesse de la lumière, λ la longueur d'onde de la lumière, et n l'indice de réfraction du milieu. Cette

relation nécessite une correction. D'écrivant bien les gaz, l'ajout d'une constante sans dimension C est nécessaire afin de prendre en compte la déviation observée dans les solides :

$$\vartheta = -C \frac{e}{2mc} \lambda \frac{dn}{d\lambda} \quad (5.19)$$

Ce modèle décrit bien la dépendance en champ magnétique de la rotation Faraday tout comme l'influence de l'épaisseur d du matériau et de la longueur d'onde λ . Cette théorie classique permet une bonne description qualitative du phénomène, mais se révèle insuffisante pour expliquer les propriétés de certains grenats ferro ou ferri-magnétiques possédant des rotations Faraday beaucoup plus importantes que seule la théorie quantique arrive à décrire. L'effet Faraday est alors essentiellement dû à la levée de dégénérescence des niveaux excités de certains ions présents dans le matériau magnéto-optique, pour les ondes polarisées droite et gauche. Dans ce modèle, la dépendance en fréquence est très différente de celle de la contribution diamagnétique.

5.3 Indicateurs magnéto-optiques

5.3.1 Généralités

Le phénomène de rotation Faraday peut être utilisé pour mesurer et cartographier le champ magnétique dans un matériau. Cependant, la constante de Verdet pour beaucoup de matériaux, comme les supraconducteurs, présente une très faible valeur. Par exemple pour l'eau à 20 degrés C et $\lambda = 589nm$, elle est de l'ordre de $10^{-6} \text{radians.G}^{-1}.\text{cm}^{-1}$, rendant difficile la détection de la rotation. Afin de s'affranchir de cette limitation, on utilise un matériau magnétique déposé en couche épaisse, choisi pour son fort effet Faraday. Cet "indicateur" est directement posé sur l'échantillon. Il devient alors possible de détecter, par le biais de l'indicateur, la distribution du flux magnétique à la surface du supraconducteur. La qualité des images obtenues dépend des propriétés physiques magnétiques du type d'indicateur utilisé. Ainsi une forte rotation Faraday est nécessaire pour l'obtention d'un contraste suffisant, alors que la dépendance en température et d'une manière moins importante la dépendance en fréquence de θ_f doit quand à elle être la plus petite possible. D'autre part, la valeur du champ d'anisotropie de l'indicateur doit correspondre au champ magnétique appliqué dans le dispositif expérimental et largement supérieur au premier champ critique H_{C1} de l'échantillon en question.

Les premières observations de la pénétration du flux magnétique dans le matériau supraconducteur, par imagerie MO, ont été réalisées en 1957 par Ahlers [128]. Il s'agissait de supraconducteurs de type 1 avec, comme couche indicatrice, une solution à base de nitrate de sodium. Par la suite, Kirchner [?] utilisa des couches d'oxyde d'Europium, ce qui augmentait notablement la résolution spatiale. A la fin des années 1980, l'équipe de Polyanski [130] utilisa des grenats à base d'Yttrium présentant un fort effet Faraday sur une large gamme de température (4K à 300K) contrairement à l'oxyde d'Europium inutilisables au-dessus de 20 K.

5.3.2 Le grenat Bi(Lu,Y)IG

Les grenats utilisés au Laboratoire des Solides Irradiés sont des grenats de type YIG dopés avec des ions de terre rare magnétique. Le procédé d'élaboration est celui

de l'épitaxie en phase liquide ce qui conduit au dépôt d'une couche Bi(Lu,Y)IG de $4\mu m$ d'épaisseur sur un substrat transparent de GGG (Gadolinium Gallium Garnet) de $500\mu m$ d'épaisseur. Afin d'utiliser les grenats en réflexion, une fine couche d'aluminium faisant office de miroir est évaporée à la surface de la couche Bi(Lu,Y)IG. Ce miroir est quant à lui recouvert d'une couche de nitrure de titane Ti-TiN. Enfin une couche anti-réflexion est ajoutée sur la face libre du substrat. [?]

Le type d'indicateur magnéto-optique utilisé est donc constitué d'un matériau ferrimagnétique, le dopage en terre rare est tel que l'aimantation spontanée est orientée dans le plan du film. L'application d'un champ magnétique \vec{H}_{ext} dans une direction d'angle α par rapport au plan, force le vecteur d'aimantation à en sortir avec un angle θ . On peut écrire la décomposition du champ appliqué :

$$\vec{H}_{ext} = H_x \vec{e}_x + H_z \vec{e}_z \quad (5.20)$$

avec

$$H_x = H \cos(\alpha) \quad (5.21)$$

$$H_z = H \sin(\alpha) \quad (5.22)$$

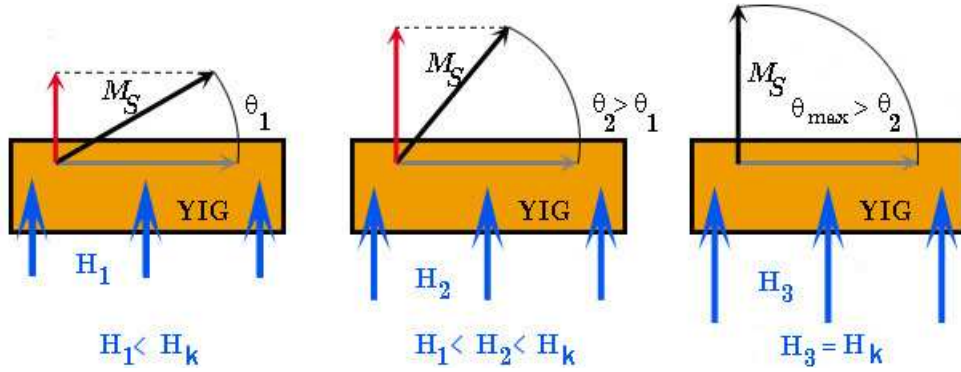


FIGURE 5.2 – Illustration du retournement de l'aimantation dans un matériau magnétique à anisotropie planaire, pour différentes intensités du champ magnétique, appliqué perpendiculairement au plan de la couche. De gauche à droite : le champ appliqué H_1 est inférieur au champ d'anisotropie H_k , donnant lieu à une rotation de l'aimantation d'angle θ_1 . Cette valeur augmente avec le champ magnétique ($H_2 > H_1$ donne $\theta_2 > \theta_1$) tant que celui-ci demeure inférieur à H_k à partir duquel elle n'évolue plus (θ_{max} : saturation)

L'énergie magnétique totale $E(H, \theta)$ est donnée par la somme des énergies d'anisotropie et dipolaire

$$E(H, \theta) = E_k(1 - \cos\theta) + BM_S[1 - \cos(\varphi_H - \theta)] \quad (5.23)$$

l'angle θ à l'équilibre s'obtient en minimisant l'énergie, $\frac{\partial E}{\partial \theta} = 0$ donne

$$\tan\theta = \frac{H_z}{H_k + H_x}, \quad (5.24)$$

avec $H_k \equiv E_k/M_S$ le champ d'anisotropie. L'angle de rotation Faraday est proportionnel à la composante perpendiculaire de \vec{M}_S avec la direction de la lumière (axe z) il suit

$$\theta_f \propto \sin\theta = \frac{H_z}{\sqrt{(H_k + H_x)^2 + H_z^2}} \quad (5.25)$$

Ce modèle décrit bien le fait qu'un champ magnétique parallèle entraîne une réduction de la rotation Faraday et fait apparaître la limite de saturation lorsque H_z devient grand ($\sin\theta \rightarrow 1$ pour $H_z \geq H_k$). En condition d'utilisation normale le champ magnétique selon l'axe x est faible et la rotation Faraday est donnée par

$$\theta_f = \vartheta d M_S \sin\theta = \vartheta d M_S \frac{B_z}{\sqrt{H_A^2 + H_z^2}} \quad (5.26)$$

Pour $H_a < H_k$ θ_f observe une dépendance en champ (H_z) quasi-linéaire

$$\theta_f = H_z d \vartheta \frac{M_S}{H_k} \equiv H_z d \vartheta_{MO} \quad (5.27)$$

où la constante de Verdet pour un indicateur Magnéto-optique est définie par :

$$\vartheta_{MO} = \vartheta \frac{M_S}{H_k} = \vartheta \frac{M_S^2}{E_k} \quad (5.28)$$

5.4 Principe de l'imagerie magnéto-optique

L'indicateur magnéto-optique est directement placé sur la surface de l'échantillon à étudier. A partir de la source lumineuse du bloc d'éclairage, la lumière traverse un premier polariseur, ce qui impose une polarisation linéaire. La lumière incidente est dirigée via une lame séparatrice sur l'indicateur MO. Après avoir traversé l'indicateur, la lumière est réfléchiée par le miroir aluminium et traverse un second polariseur (analyseur), permettant la détection de l'angle de rotation Faraday en tout point de l'indicateur. L'image obtenue est observée à l'aide d'un microscope optique et enregistrée par une caméra installée au sommet de ce dernier (Fig 5.3). Un contraste lumineux est alors obtenu, en fonction de la composante perpendiculaire du flux magnétique à la surface de l'échantillon. Les zones claires correspondent à une forte induction magnétique (forte rotation Faraday) alors que les zones les plus sombres traduisent l'absence de champ magnétique (pas de rotation Faraday).

La contrainte de travailler en lumière réfléchiée (à cause l'opacité des films YBCO) permet de bénéficier du caractère indépendant de la rotation Faraday vis-à-vis du sens de propagation de la lumière. L'angle de rotation est doublé lors de la traversée en sens inverse de la lumière réfléchiée par le miroir, augmentant d'autant le contraste de l'image.

L'intensité lumineuse réfléchiée, en tenant compte de l'absorption de la couche magnéto-optique, est donnée par :

$$I_r = I_i e^{-2\beta d} \quad (5.29)$$

où I_i est l'intensité lumineuse incidente, d l'épaisseur de l'indicateur et β le coefficient d'absorption. $\theta = 2\theta_f$ la double rotation Faraday où $\theta_f = \vartheta H d$.

La sensibilité en champ magnétique d'un indicateur peut être optimisée en jouant d'une part sur la constante de Verdet du matériau le constituant ou de manière plus simple en augmentant son épaisseur. Le gain en sensibilité engendré est au dépend d'une diminution de la résolution spatiale. En effet la distorsion des lignes de champs

magnétique engendrée par l'échantillon diminue très rapidement avec la distance par rapport à la surface de l'échantillon. Ceci diminue la résolution spatiale. Il est donc important lors de la mise en place d'un tel dispositif d'imagerie de définir au mieux le type d'étude envisagée afin de parvenir au meilleur compromis entre résolution spatiale et sensibilité en champ.

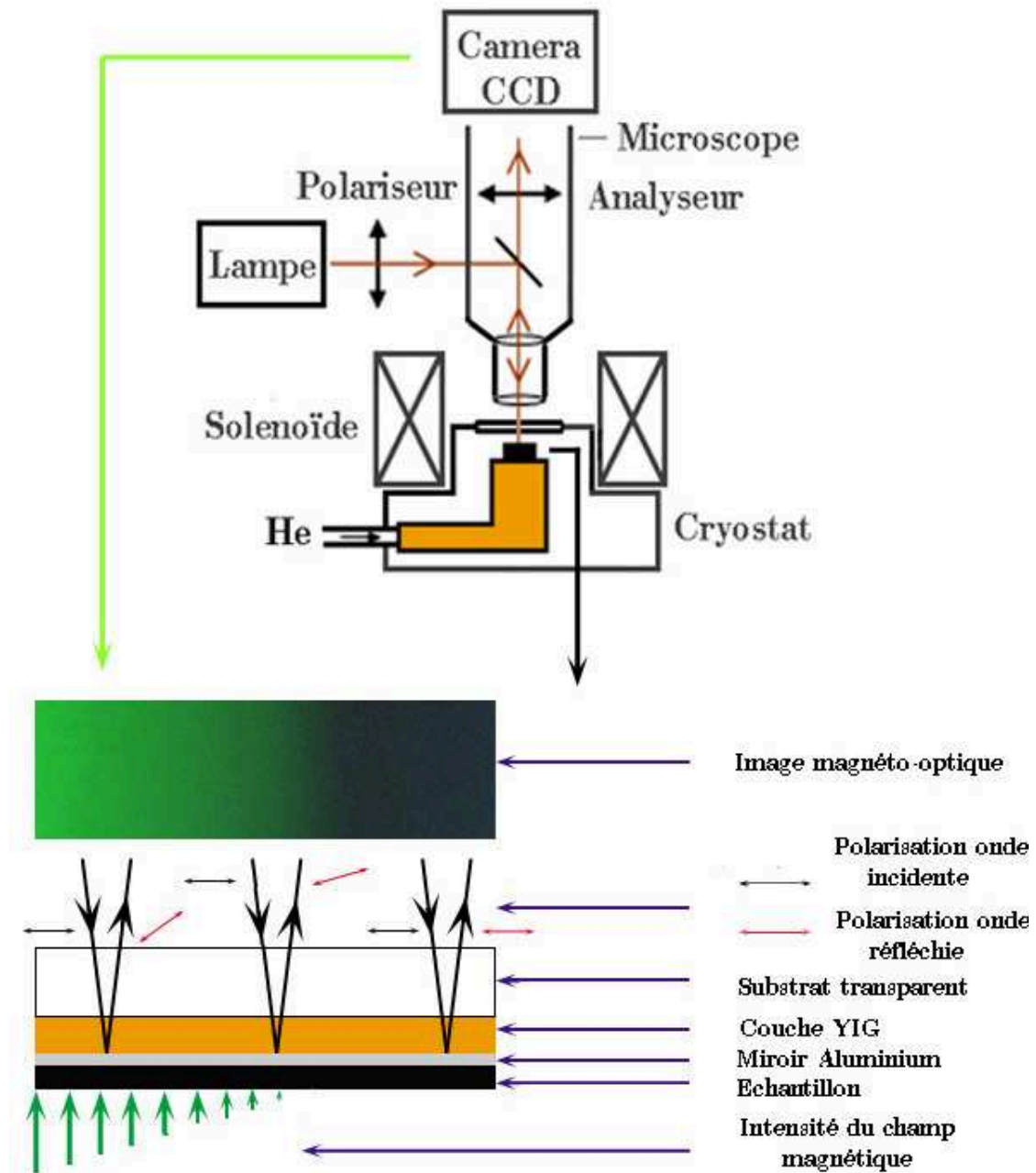


FIGURE 5.3 – (a) Principe de détection de la rotation Faraday à l'aide d'un microscope optique équipé de deux polariseurs. (b) Disposition de l'empilement constituant le coeur magnéto-optique : Substrat GGG, grenat YIG et miroir aluminium posé sur l'échantillon supraconducteur et image obtenue en fonction de l'intensité du champ magnétique présent dans l'échantillon.

Pour révéler l'effet Faraday l'analyseur est orienté de façon presque perpendiculaire par rapport à la polarisation de la lumière incidente. D'après la loi de Malus,

l'intensité lumineuse après le passage à travers l'analyseur est donnée par :

$$I_{sortie} = I_r \sin^2(2\vartheta Hd) = I_i e^{-2\beta d} \sin^2(2\vartheta_{MO} Hd) \quad (5.30)$$

Les conditions d'obtention d'un bon signal sont : une forte constante de Verdet et un faible coefficient d'absorption. Les différents éléments présents sur le chemin optique induisent des dépolarisations, il est nécessaire de prendre en compte leurs effets dans le calcul de l'intensité lumineuse, on a alors :

$$I = K_0 + E_0^2 \sin^2(\theta) \quad (5.31)$$

où $E_0^2 = I_i e^{-2\beta d}$, θ la rotation Faraday induite par H et K_0 l'intensité lumineuse résiduelle due au bruit engendré par les imperfections du système optique.

Il faut aussi tenir compte du fait que polariseur et analyseur ne sont pas parfaitement croisés, la différence relative à la position croisée est notée α , d'où

$$I = K_0 + E_0^2 \sin^2(\theta + \alpha) \quad (5.32)$$

L'angle de l'analyseur étant ajustable par le biais d'une molette micrométrique, la valeur de α peut être optimisée afin de rendre le terme $E_0^2 \sin^2(\theta + \alpha)$ le plus grand possible et réduire ainsi au maximum l'effet des imperfections et de l'extinction engendrée par les éléments optiques, mais aussi dans le but d'ajuster le contraste en fonction du type d'expérience envisagée.

5.5 Dispositif expérimental

5.5.1 Cryostat

La canne principale du cryostat commercial Oxford Instrument Microstat He à servi de base à la construction du banc de mesure magnéto-optique hyperfréquence.



FIGURE 5.4 – (a) Vue d'ensemble de la canne Oxford Instrument Microstat He. Les deux faisceaux de câble relient le cryostat aux instruments de mesure et de contrôle . (b) Extrémité de la canne, les rampes de contacts sont ici en cours d'installation.

Le porte échantillon à été dessiné dans le but de pouvoir mener des expériences d'imagerie magnéto-optique en même temps que des mesures de résistance de surface, mais aussi pour pouvoir effectuer des mesures MO plus classiques. Il est

constitué d'une tige en cuivre OFHC de section carrée, laquelle se terminant par une cavité rectangulaire. Celle-ci est fermée par un capot amovible, également en cuivre, dans lequel différentes ouvertures ont été façonnées (voir chapitre suivant). La base du porte échantillon est fermement vissée à l'extrémité de la cane. Une feuille d'Indium est insérée entre ces deux éléments pour assurer le contact thermique (Figure 5.19). L'ensemble cane-tête froide est inséré dans une enceinte à vide spécialement conçue afin de permettre l'insertion d'une antenne hyperfréquence. Celle-ci est manipulée depuis l'extérieur par un dispositif similaire à celui du banc de mesure d'impédance de surface présenté dans le Chapitre 2. Le champ magnétique statique est quant à lui généré par deux bobines résistives en cuivre montée en série à l'extérieur du cryostat. L'échantillon se trouve alors parfaitement centré entre les deux électro-aimants à l'endroit où le champ magnétique est le plus uniforme et orienté suivant l'axe perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Le champ magnétique DC maximum pouvant être appliqué dépend de la résistance électrique de l'électro-aimant, de l'alimentation utilisée et de la durée d'utilisation. Lorsque la bobine est à température ambiante il est possible d'atteindre, 750 G au niveau de l'échantillon sur une durée d'environ une heure. Au-delà l'intensité du courant décroît rapidement, conséquence d'une augmentation de la résistance électrique du fil de cuivre avec la température suite à son échauffement.

La cane Oxford a été entièrement recablée pour accueillir les éléments spécifiques à notre installation. A son extrémité, collées à l'aide d'un vernis cryogénique, des rampes de contacts électriques reliant le câblage extérieur aux éléments de régulation et de mesures sur la tête froide. Le tout permet de disposer de quatre arrivées de courant et quatre prises de tension pour des mesures de transport, l'utilisation simultanée de deux sondes de températures et d'un jeu d'éléments chauffants (Figure 5.18).

5.5.2 Refroidissement et régulation de la température

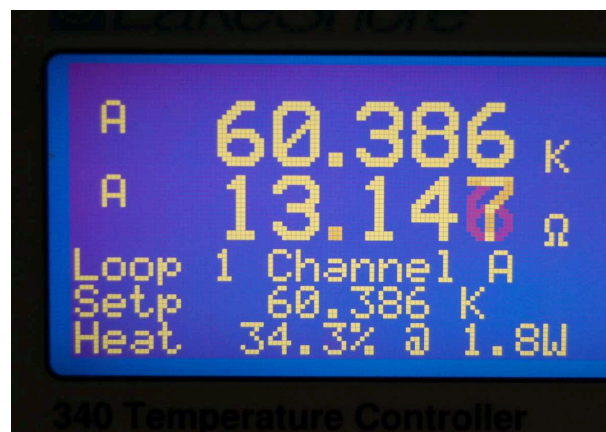


FIGURE 5.5 – Face avant du contrôleur LakeShore 340. La température est stabilisée à 60.386 K égale à la température de consigne, la variation de $1\text{m}\Omega$ de la résistance de la sonde entraîne une variation de la température inférieure à 1 mK.

Le refroidissement est assuré par une circulation d'Hélium liquide via une cane de transfert reliant le vase de stockage au cryostat. Le débit d'Hélium est ajusté à la main en fonction de la température à atteindre, grâce à un contrôleur de flux gazeux relié à une pompe à membrane. Vouloir réaliser des mesures d'impédance de

surface en utilisant le résonateur diélectrique T_iO_2 impose, comme nous l'avons vu au chapitre précédent, une régulation en température très précise. La température est mesurée par une sonde Platine 100 Ω d'environ 2 cm de long, placée à 2,5 mm en-dessous de la base de la cavité. Deux blocs chauffants de 68 Ω chacun, reliés en série, sont quand à eux disposés de part et d'autre du pied en cuivre de la cavité. Ces trois éléments sont reliés à un contrôleur de température Lakeshore 340 dont les paramètres PID (Proportionnel, Intégrale, Dérivée) ont été ajustés manuellement. Une bonne régulation est obtenue en ajustant dans l'ordre : la température de consigne, le débit d'Hélium et la puissance dans les blocs chauffants. Une fois la régulation stabilisée, la variation de la résistance électrique de la sonde platine est de $\pm 1 m\Omega$ correspondant à une variation en température inférieure à 1 mK. Ce dispositif permet de réaliser un cycle : température ambiante (300K) 10 K stabilisé et remontée à 300 K en 35 minutes, facilitant ainsi les changements d'échantillons au cours d'une journée.

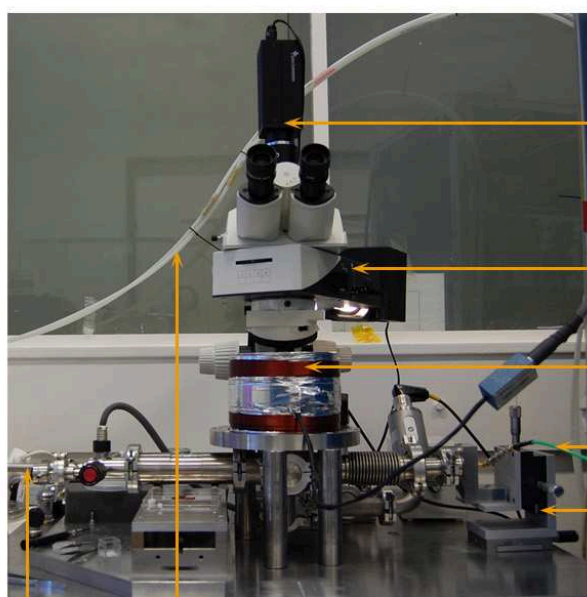
5.5.3 Microscope optique et acquisition d'images

Dans un soucis de compatibilité avec le matériel déjà présent au laboratoire (LSI), nous avons sélectionné pour ce banc d'imagerie magnéto-optique un microscope polarisant Leica DM 2500. Le microscope doit être monté de manière à permettre une grande amplitude verticale, admettant le changement d'échantillon, la mise en place de l'électro-aimant et l'entretien du cryostat. De plus, pour des raisons d'encombrement et de poids du cryostat, le corps du microscope est installé sur une tour, elle même fixée sur deux platines de translation xy . La mise au point s'effectue en ajustant la position du microscope par rapport à l'échantillon.

Les objectifs sont choisis pour leurs grandes distances de travail en raison de l'espace imposé entre l'échantillon et objectif par la présence de la cavité, l'indicateur et le hublot du cryostat. Typiquement, $d_{travail} = 15 mm$ pour les objectifs $\times 1.25 \times 2.5 \times 5$ et $\times 10$. Le pouvoir de résolution spatiale lors du travail avec ce dernier objectif est de l'ordre de 10 μm .

Les polariseurs utilisés sont de type dichroïques. Le premier, fixe, est installé en sortie du bloc d'éclairage en lumière blanche. Le second est installé au-dessus de la lame séparatrice et peut tourner sur 360 : avec une précision de moins d'une minute d'arc.

La caméra, installée avec une monture C sur le haut du microscope, est une caméra couleur CCD Scion Corporation permettant de travailler dans des conditions de luminosité faible, présentant une vitesse d'acquisition suffisante pour nos expérimentations et permet une large gamme de réglages, afin d'ajuster au mieux les différents paramètres pour l'obtention d'image de bonne qualité. Ces images sont enregistrées sur un ordinateur par l'intermédiaire du logiciel propriétaire Scion Visi-Capture., Le cas échéant réajustées à l'aide du logiciel Photoshop. Une vue d'ensemble du dispositif est proposée dans la figure 5.6.



Camera CCD couleur

Microscope et bloc d'éclairage

Electro-aimant

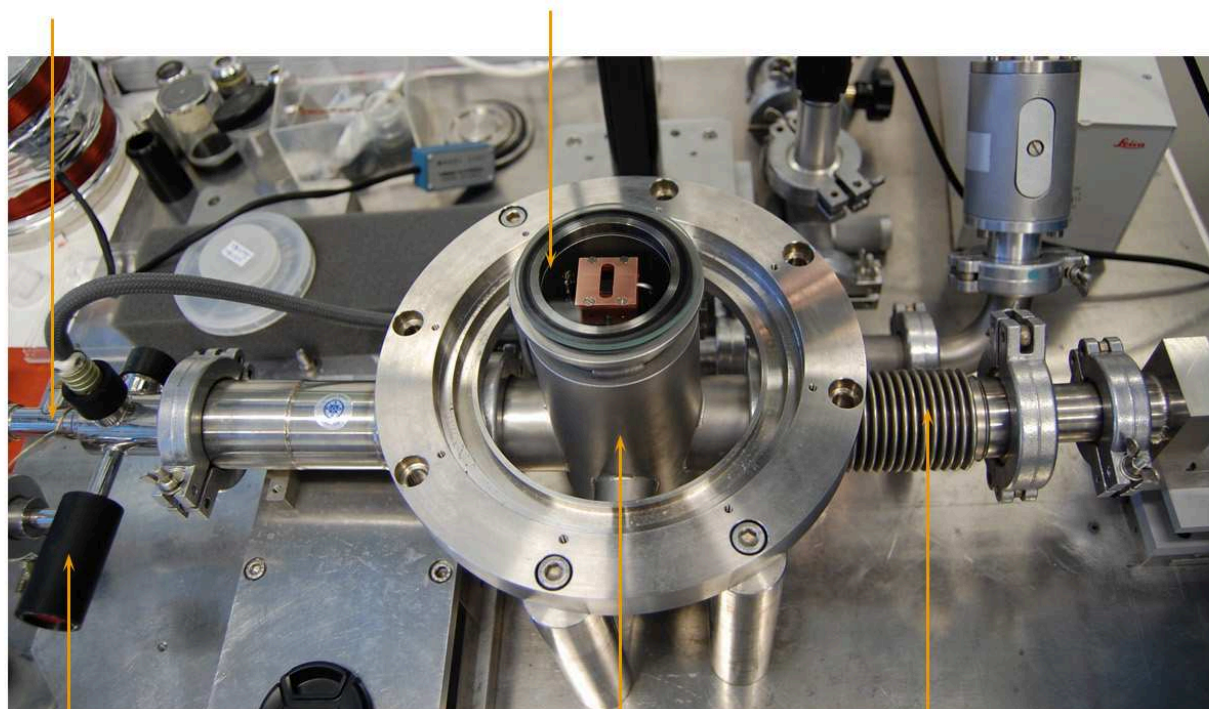
Arrivée signal hyperfréquence

Ajustement couplage

Circulation Hélium

Arrivée Hélium
liquide

Accès optique du cryostat



Remise à pression
atmosphérique

Enceinte à vide

Passage antenne
hyperfréquence

FIGURE 5.6 – En haut : vue d'ensemble du dispositif cryostat et microscope. En bas : vue détaillée du cryostat

5.6 Imagerie magnéto-optique en champ magnétique statique

5.6.1 Visualisation de la pénétration du flux magnétique

5.6.1.1 Influence du champ magnétique appliqué

Afin de caractériser la distribution de l'induction magnétique dans les films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, les échantillons sont préalablement refroidis en-dessous de leur température critique sans champ magnétique. Une fois la température stabilisée, un faible champ magnétique statique, une dizaine de Gauss, est appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Dans cette configuration la majeure partie de l'échantillon est dans l'état Meissner, cela nous permet d'ajuster l'intensité lumineuse et la position de l'analyseur par rapport au polariseur, afin d'optimiser le contraste. La valeur du champ magnétique est alors augmentée graduellement et les images magnéto-optiques sont enregistrées. Les images montrant la pénétration du flux magnétique dans l'échantillon TM_{LAO} en fonction du champ magnétique appliqué, sont rassemblées dans la Figure 5.7. L'échantillon a été refroidi à 60 K, L'image 5.7(a) correspond à l'application d'un champ magnétique de 50 G, l'ordre alphabétique indique à chaque fois à une augmentation de 50 G. Les images (a) et (b) de la Figure 5.7 montrent que la majeure partie de l'échantillon écrante le champ magnétique appliqué. On commence à distinguer la pénétration des vortex à partir des bords du film mince aux alentours de 150 G. Cela ne veut pas dire que le premier champ critique, H_{c1} (champ de première pénétration) se situe dans cette gamme de champ magnétique. En effet, il est relativement difficile de déterminer avec précision la valeur de H_{c1} , car elle est très faible. L'avancée du front de pénétration des lignes de flux magnétique est par conséquent très petite. Il faudrait, pour bien visualiser, utiliser des objectifs à fort grossissement et un dispositif d'imagerie optimisé pour la résolution spatiale. Notre banc d'imagerie magnéto-optique a été conçu et optimisé afin de permettre une visualisation globale des échantillons et pour un fort contraste lumineux. Cela nous permet, comme le montrent les images de la Figure 5.7 de suivre de manière globale la pénétration et la distribution des vortex dans l'échantillon avec le champ magnétique appliqué. A mesure que la valeur de $|\vec{H}_{ext}|$ augmente, la zone qui se trouve dans l'état Meissner diminue pour laisser place à l'état mixte. La distribution observée est décrite par le modèle de Bean présenté en introduction.

5.6.1.2 Influence de la température

Pour visualiser l'influence de la température sur la distribution de l'induction magnétique dans les films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, l'échantillon est préalablement refroidi à la température voulue sans champ magnétique. Une fois la température stabilisée, un champ magnétique statique, orienté perpendiculairement à la surface de l'échantillon est appliqué et maintenu constant. Comme dans l'expérience précédente, il est intéressant d'appliquer dans un premier temps un faible champ magnétique pour l'ajustement de l'intensité lumineuse et de l'orientation de l'analyseur. Une fois la valeur de $|\vec{H}_{ext}|$ choisie, la température est remontée par paliers, et une image magnéto-optique est enregistrée à chaque température. Les images rassemblées dans la Figure 5.8 illustrent la distribution de l'état mixte dans l'échantillon TM_{LAO} , refroidi à 30 K sans champ magnétique, pour ensuite être soumis à un champ magnétique de 130 G. On constate que jusqu'à 50 K la majeure partie de

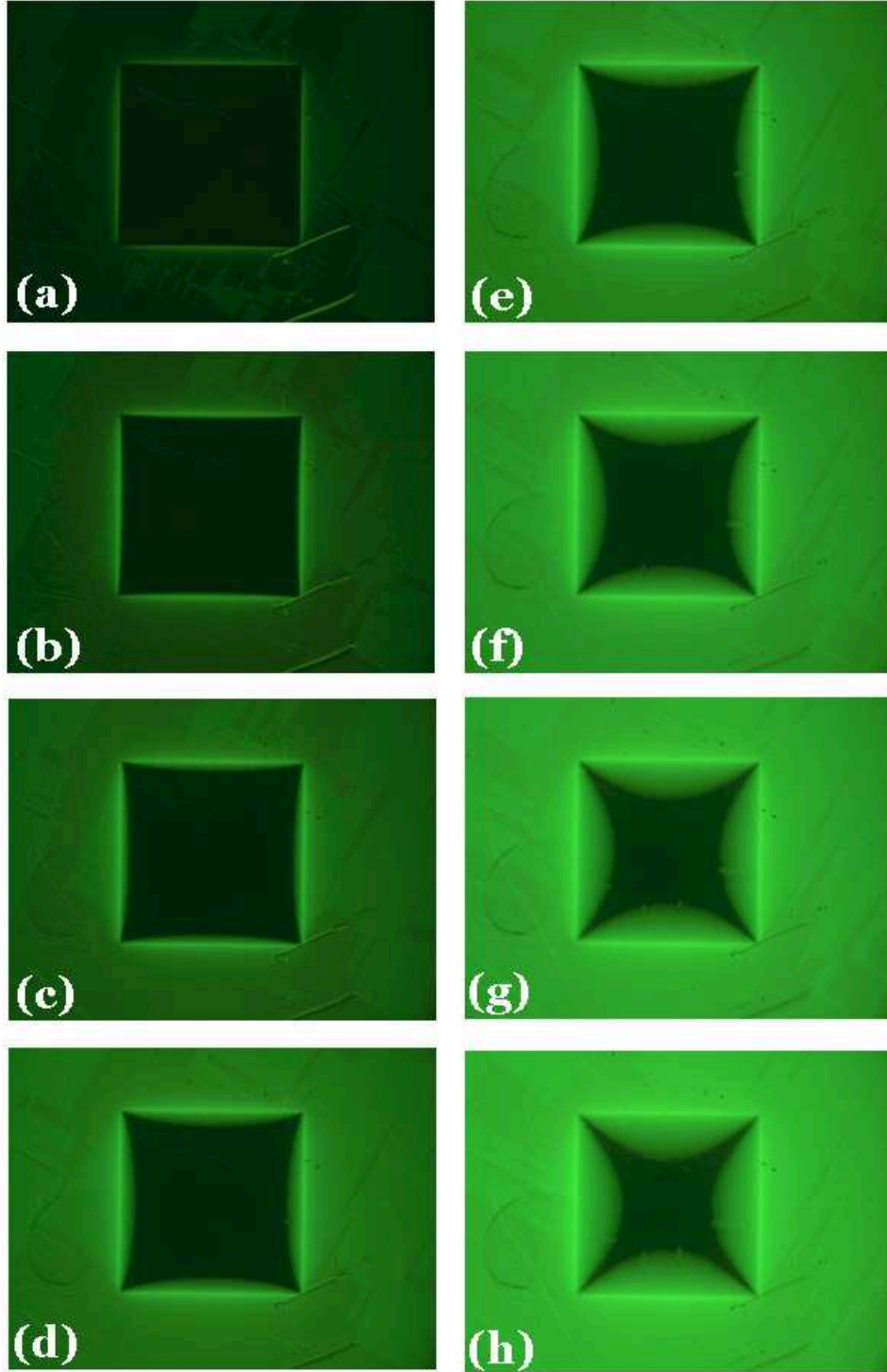


FIGURE 5.7 – Imagerie magnéto-optique de la distribution de l'induction magnétique dans l'échantillon TM_{LAO} refroidi sans champ magnétique à 60 K. Les images ont été obtenues avec un objectif $\times 2.5$. Le champ magnétique \vec{H}_{ext} est appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon, chaque image est prise à une valeur différente de $|\vec{H}_{ext}|$ (a) 50 G, (b) 100 G, (c) 150 G, (d) 200 G, (e) 250 G, (f) 300 G, (g) 350 G et (h) 400 G

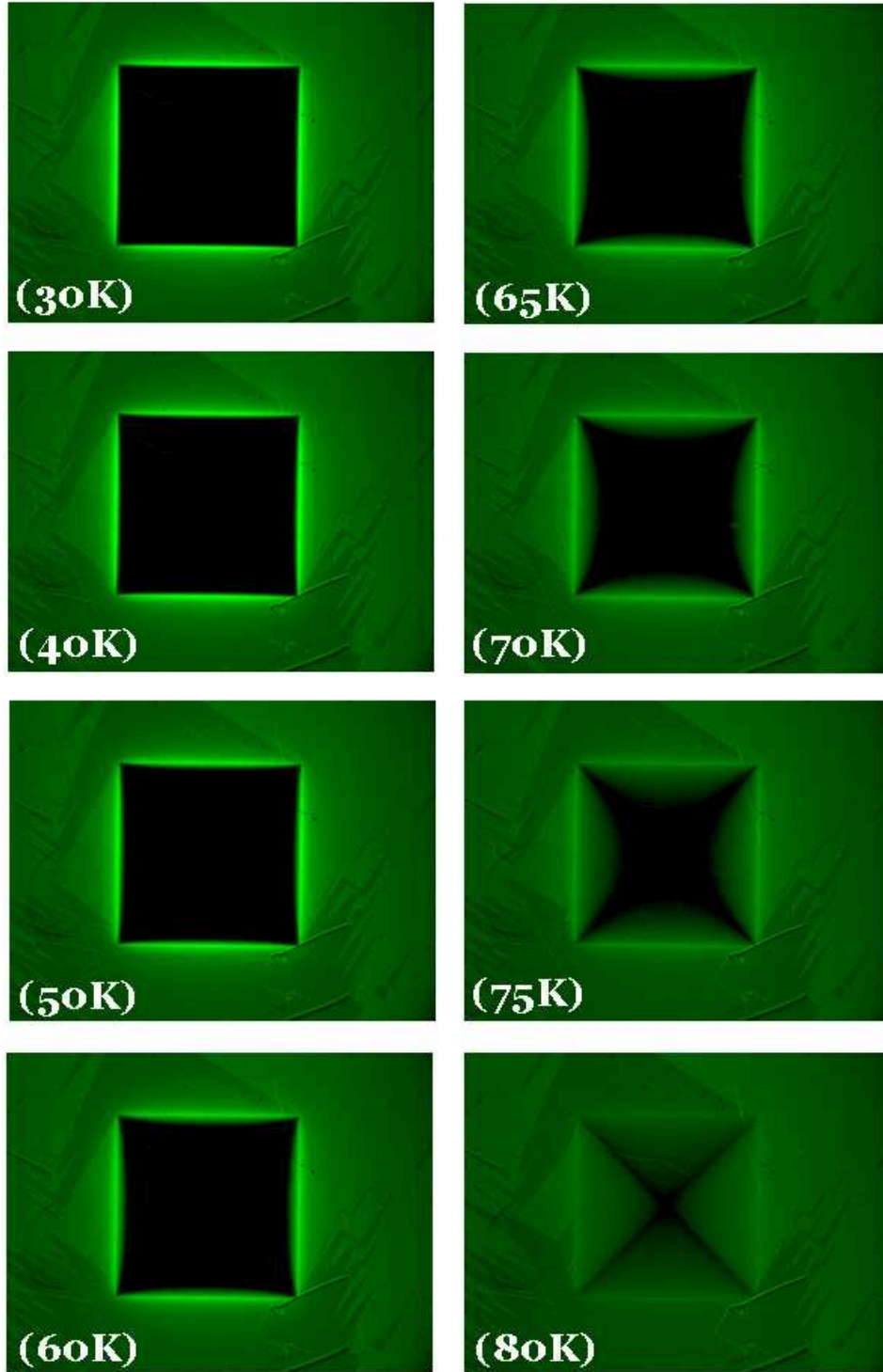


FIGURE 5.8 – Imagerie magnéto-optique de la distribution de l'induction magnétique dans l'échantillon TM_{LAO} . L'échantillon est d'abord refroidi sans champ magnétique à une température de 30 K. Un champ magnétique \vec{H}_{ext} de 130 G est appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon et la température est progressivement augmentée. Chaque image correspond à une température différente.

l'échantillon se trouve dans l'état Meissner. A partir de 60 K la progression l'état

mixte vers l'intérieur de l'échantillon s'accélère. Prés de la transition, vers 80 K, la quasi totalité du film TM_{LAO} est pénétré par le champ magnétique.

5.6.1.3 Profil d'induction magnétique

A partir des images présentées dans les Figures 5.7 et 5.8, il est possible d'établir le profil de l'induction magnétique \vec{M} au sein des échantillons étudiés. Ce type de tracé permet de rendre compte de manière plus explicite qu'une série d'images l'influence du champ magnétique et de la température sur la pénétration des lignes de flux magnétique. L'intensité lumineuse, proportionnelle à la rotation Faraday, a été calibrée afin de pouvoir déterminer localement la valeur de l'induction magnétique.

L'indicateur magnéto-optique est installé seul sur la tête froide du cryostat et la température fixée dans un premier temps à 60 K. Une première image est enregistrée à champ nul puis, pour différentes valeurs de champ magnétique appliquées, on mesure la moyenne d'intensité lumineuse. La dépendance en champ à une température de 60 K de l'intensité lumineuse engendrée par la rotation Faraday dans le grenat est présentée dans la Figure 5.9(a). La dépendance est approximativement linéaire sur une gamme de 0 à 450 G. La conversion intensité-champ magnétique est donnée par un ajustement linéaire simple du type $I = A + B \times |\vec{H}|$ où $A = 11,91$ et $B = 0,25$ sont les paramètres d'ajustement. La dépendance en température de la rotation Faraday doit elle aussi être prise en compte. Cette fois, le champ magnétique appliqué demeure constant et égal à 150 G une fois la température du grenat amenée à 30K. Le flux d'hélium circulant dans cryostat est alors coupé et une série d'image est enregistrée à mesure que la température remonte. La dépendance en température pour un champ magnétique appliqué de 150 Gauss de l'intensité lumineuse engendrée par la rotation Faraday dans le grenat YIG est présentée Figure 5.9(b). Sur la gamme 30-80K l'intensité lumineuse présente cette fois une décroissance de type exponentielle. L'ajustement utilisé est de la forme $I = A + B \exp(-|\vec{H}|/C)$ avec $A = 42,95$, $B = 26,00$ et $C = 47,51$ les paramètres d'ajustement.

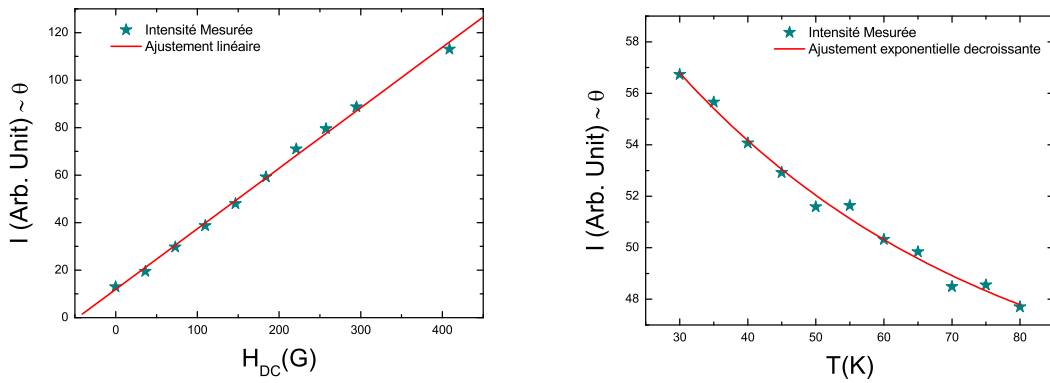


FIGURE 5.9 – Intensité lumineuse moyenne mesurée à la surface de l'indicateur magnéto-optique, en fonction (à gauche) du champ magnétique à une température de 60 K, (à droite) en fonction de la température pour un champ magnétique de 130 G. Les courbes rouges sont des ajustements utilisés pour la calibration de l'intensité lumineuse

A partir des deux séries d'images présentées dans les Figures 5.7 et 5.8, l'in-

tensité lumineuse a été mesurée suivant les profils matérialisés par une ligne rouge dans les images de la Figure 5.10. Pour ensuite être converties en valeur de champ magnétique.

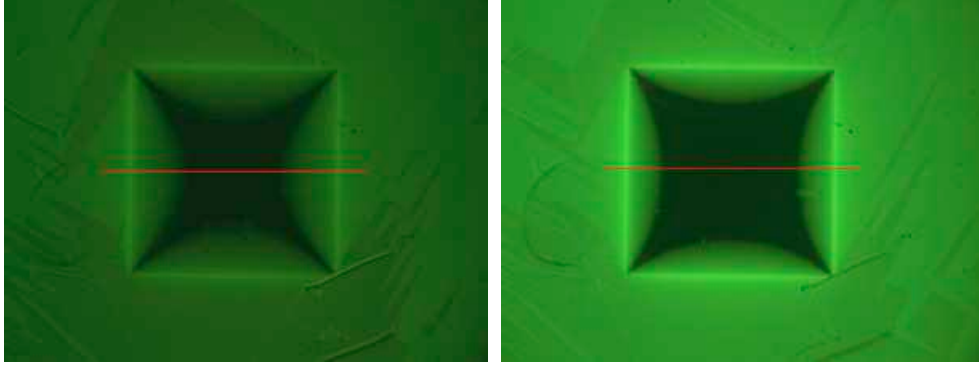


FIGURE 5.10 – Matérialisation par les lignes rouges de la zone où les profils présentés dans le figure 5.11 ont été réalisés.

La Figure 5.11 présente les profils de l'induction magnétique obtenus par la procédure décrite précédemment. Pour $T \ll T_c$ et $H \ll H_{c1}$ le champ magnétique appliqué est confiné sur les bords et l'état Meissner occupe la quasi-totalité de l'échantillon sous l'action des courants d'écrantage. A mesure que T ou H augmentent, on observe une augmentation de l'induction magnétique, progressant des bords vers le centre de l'échantillon. Ce comportement est généralement bien décrit par le modèle de Bean. La frontière entre l'état Meissner et l'état Mixte indique l'endroit où la valeur des courants d'écrantage dépasse le courant critique J_c , fonction de H et T .

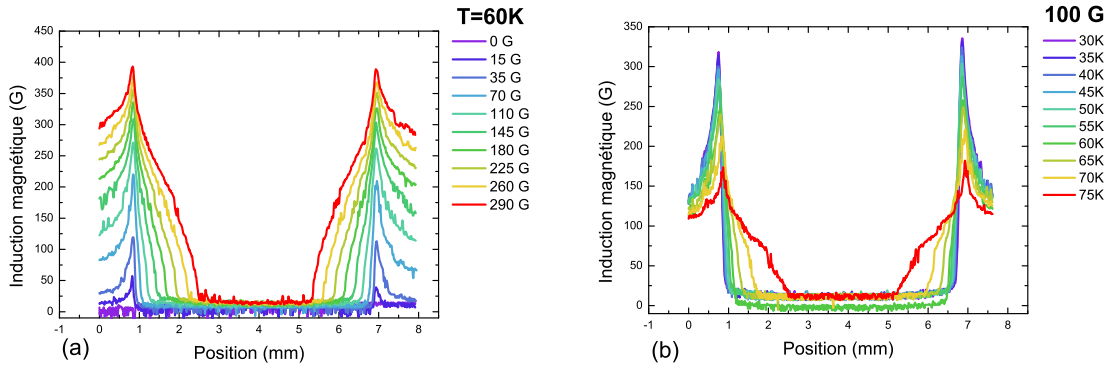


FIGURE 5.11 – Profils de l'induction magnétique dans l'échantillon TM_{LAO} en fonction (a) du champ magnétique appliqué à une température de 60 K et (b) de la température pour un champ magnétique appliqué de 100 G

5.6.1.4 Calcul de la densité de courant critique J_C

L'imagerie magnéto-optique est une technique qui permet de calculer directement la densité de courant critique à partir du profil de l'induction magnétique. La densité de courant non dissipatif dans les supraconducteurs de type 2 soumis à un champ magnétique est limitée par la valeur critique J_c . Pour $J < J_c$ les lignes de flux magnétique sont piégées par les défauts dans le matériau. Lorsque $J > J_c$ les lignes de flux sont mises en mouvement sous l'action de la force de Lorentz. Dans le cas particulier d'un film mince de géométrie carrée soumis à un champ magnétique perpendiculaire E.H Brandt, M.V Indenbom et A. Forkl [132] ont proposé une méthode de calcul analytique de la distribution de la densité de courant en fonction du champ magnétique appliqué, basée sur le modèle de Bean. La densité de courant d'écrantage J est obtenue directement à partir de la distance x_f entre le front de pénétration du flux magnétique et le bord de l'échantillon,

$$J = \frac{\pi H_c}{d \cdot \text{arccosh} \left(\frac{w}{w-x_f} \right)}, \quad (5.33)$$

où $H_c = \frac{J_c d}{\pi}$ est le champ caractéristique de la pénétration du flux magnétique, d l'épaisseur du film et w sa demi largeur. La position du front de pénétration x_f en fonction du champ magnétique appliqué est donnée par [133].

$$x_f = w \left[1 - \frac{1}{\cosh \left(\frac{\pi H_a}{J_c d} \right)} \right], \quad (5.34)$$

et permet d'obtenir la valeur de la densité de courant critique J_c connaissant H_a le champ magnétique appliqué.

Une série de profil $B(x)$ à été réalisée sur les trois films minces $SY211$, TM_{MgO} et TM_{LAO} à différentes températures. A chaque température la distance x_f à été mesurée et insérée dans l'équation 5.34 afin de calculer la valeur de la densité de courant critique. Les résultats obtenus ont été présenté dans la Figure(3.4) du Chapitre 3.

5.6.2 Imagerie magnéto-optique pour le contrôle de la qualité des échantillons

Les images magnéto-optique présentées dans le paragraphe précédent laissent apparaître une régularité dans la pénétration du flux magnétique. Une telle observation permet de s'assurer de l'homogénéité d'un échantillon, que la croissance du matériau est bien maîtrisée et que les procédés technologiques de préparation, de gravure et de découpe n'ont eut que peu d'impact sur la qualité de l'échantillon. En pratique, il est assez rare d'obtenir une série entière d'échantillons ne présentant pas de défauts macroscopique. Ce constat à été dressé après avoir analysé un nombre important d'échantillons réalisés par différentes techniques, ou ayant subi des procédés de nano ou micro-structuration. Il est très vite apparu que la méthode magnéto-optique présentait un intérêt tout particulier dans le cadre de l'utilisation des matériaux supraconducteurs pour la réalisation de dispositifs. Par la visualisation d'une pénétration anormale (dissymétrique, non homogène) du flux magnétique dans une structure supraconductrice, elle permet de détecter des zones ayant subi des dommages.

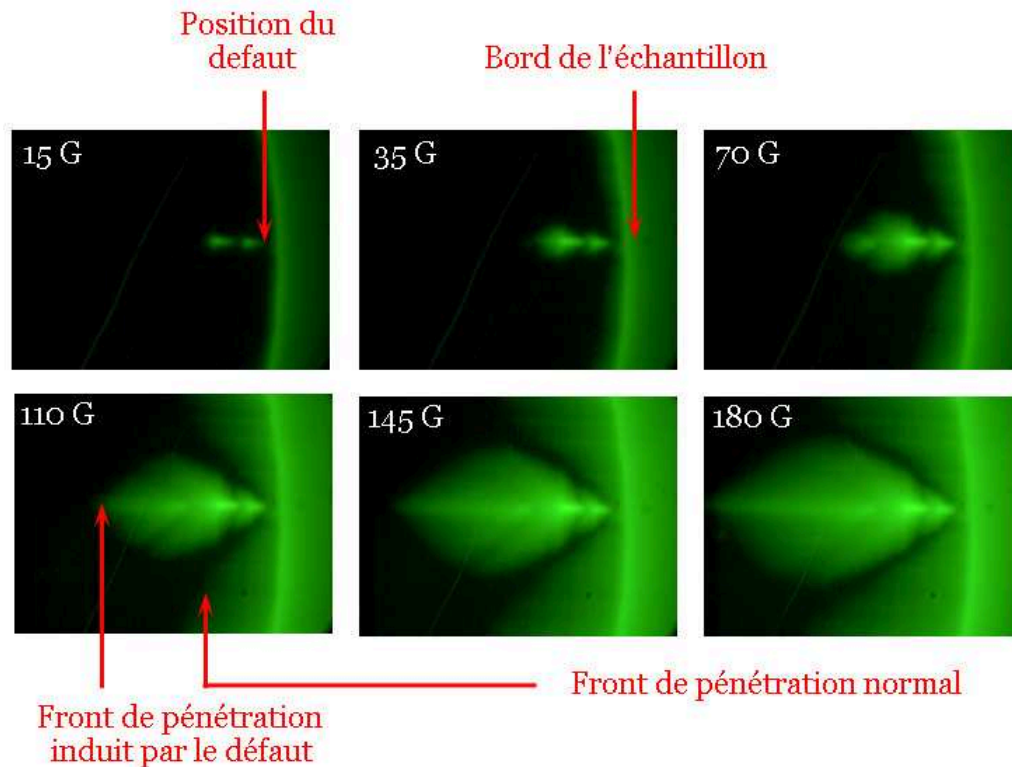


FIGURE 5.12 – Image magnéto-optique réalisée sur le bord d'un film mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ préparé dans les mêmes conditions que l'échantillon SY211. La température est de 60 K et le champ magnétique appliqué est orienté perpendiculairement à la surface de l'échantillon

La figure 5.12 présente une série d'images qui met en évidence la présence d'une zone défectueuse au sein de l'échantillon. Il s'agit d'une couche mince supraconductrice $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ de 400 nm d'épaisseur déposée sur un substrat MgO de 500 μm . Les procédés de lithographie optique et de gravure ionique ont été utilisés pour faire apparaître un disque de 8 mm de diamètre d' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sur le substrat. Les images ont été obtenues en refroidissant le supraconducteur à une température de 60 K sans champ magnétique. Un champ magnétique perpendiculaire à la surface de l'échantillon est ensuite appliqué graduellement. Tandis que, depuis la plus grande partie du bord, les vortex progressent vers le centre du disque de manière homogène et isotrope, on constate une pénétration beaucoup plus rapide et importante à partir d'une zone très réduite. Dans cette zone, le supraconducteur est endommagé, ses propriétés sont altérées, conduisant à une diminution locale de la densité de courant critique. Ce type de défaut de bord est assez classique lorsqu'il s'agit de couche mince gravée. Une imperfection, aussi minime soit-elle, lors du développement de la résine protectrice entraîne quasi-systématiquement un tel défaut.

Une vision plus globale permet de rendre compte de quelle manière la présence de défauts peut perturber la distribution de l'induction magnétique dans les films supraconducteurs.

La Figure 5.13 compare la distribution de l'induction magnétique dans deux films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ de 700 nm d'épaisseur, déposés sur un substrat MgO par coévaporation thermique. La mise en forme (carré de 5 mm \times 5 mm) a été réalisée par gravure chimique (1.17(a)(c)) et par découpe à la scie à fil (1.17(b)(d)).

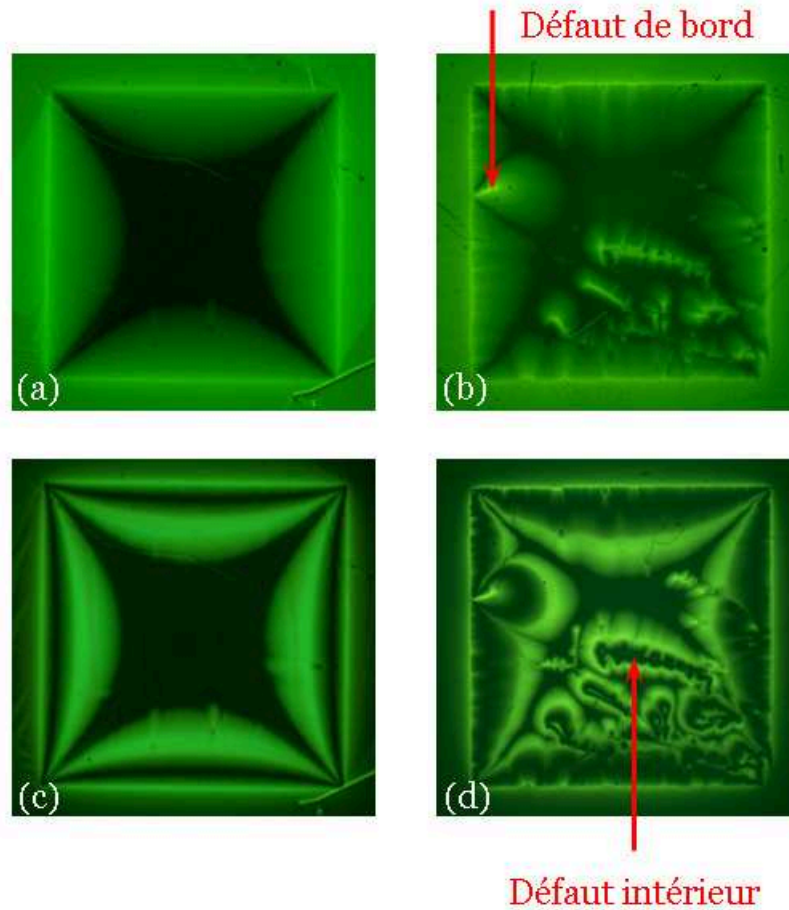


FIGURE 5.13 – Imagerie magnéto-optique réalisée sur deux films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ préparés dans les mêmes conditions que l'échantillon TM_{MgO} . La mise en forme de carré de 5 mm par 5 mm a été réalisée par gravure chimique (a) et (c) et par découpe à la scie à fil (b) et (d). Les images situées en haut correspondent à l'application d'un champ magnétique perpendiculaire à la surface de l'échantillon de 200 G à 60 K. Les images situées en bas correspondent à l'état rémanent induit par la remise à zéro d'un champ magnétique appliqué de 400 G.

L'application d'un champ magnétique continu de 200 Gauss met nettement en évidence les détériorations induites par le mode de découpe. Les défauts de bords sont très nombreux dans le cas d'un échantillon découpé à la scie à fil. Le flux entre préférentiellement par les zones endommagées. Ce dernier a de plus subi l'implosion de la vitre du cryostat sous laquelle il se trouvait. Les dégâts sont considérables puisque les vortex entrent aussi directement par les zones endommagées qui se trouvent au centre de l'échantillon.

5.6.2.1 Contrôle de la qualité des résonateurs supraconducteurs

D'un point de vue étude physique ne pas s'assurer de l'homogénéité de l'échantillon revient à courir le risque d'interpréter de manière erronée les résultats obtenus. Le résonateur supraconducteur est l'archétype même du système nécessitant un contrôle qualité fort. Ce dernier cumule plusieurs étapes critiques nécessaires à sa fabrication, (Voir chapitre 4) sources potentielles de défauts. Un problème de réalisation peut conduire à la fabrication d'un dispositif présentant de mauvaises performances. Le

protocole d'imagerie magnéto-optique directe présenté précédemment a été utilisé afin de caractériser la distribution spatiale du flux magnétique DC dans nos structures résonantes pour y détecter d'éventuels défauts.

La Figure 5.14 montre la distribution de l'induction magnétique dans le résonateur arrondi présenté dans le Chapitre 4. Ce dernier, est à titre de rappel, constitué d'un plan de masse supraconducteur ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ 700nm) déposé sur la face inférieure d'un substrat de MgO ($500\text{ }\mu\text{m}$). Sur la face opposée se trouve une ligne micro-ruban réalisée par photolithographie et gravure chimique. L'indicateur magnéto-

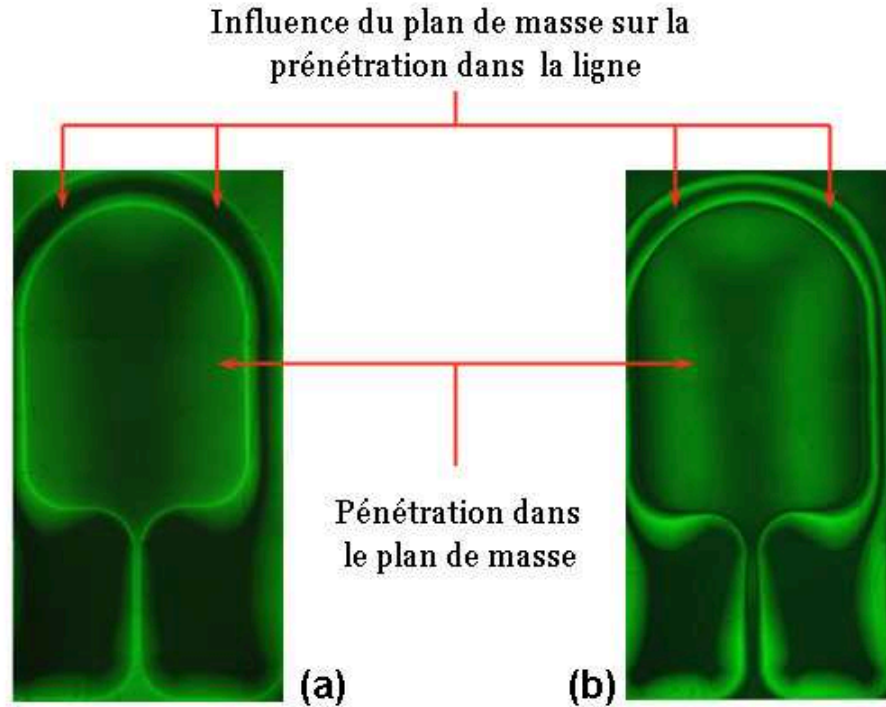


FIGURE 5.14 – Images magnéto-optique du résonateur supraconducteur 1 GHz arrondi. (a) l'image a été obtenue après avoir refroidi le résonateur à une température de 60 K sans champ magnétique, puis soumis à un champ magnétique constant de 200 G perpendiculaire à la surface de l'échantillon. (b) l'image illustre l'état rémanent résultant de l'application d'un champ magnétique de 400 G perpendiculaire à la surface de l'échantillon.

optique est directement posé sur la ligne micro-ruban. L'application d'un champ magnétique constant d'une valeur de 200 Gauss une fois l'échantillon refroidi à 60 K permet d'obtenir l'image 5.14(a). L'état rémanent résultant de l'application de 400 Gauss ZFC à 60 K est quand à lui présenté sur l'image 1.19(b). Malgré la présence du substrat entre l'indicateur MO et le plan de masse, la pénétration du flux magnétique dans ce dernier reste visible. Dans les zones non recouvertes par la ligne micro-ruban la pénétration sous la forme de lobes, déjà observée pour les échantillons carrés, apparaît. S'agissant de la ligne micro-ruban, la pénétration est influencée par différents facteurs. En premier lieu sa géométrie. Les zones concaves officient à la manière d'un concentrateur de flux, le courant critique est atteint plus rapidement et engendre une pénétration plus importante que les zones convexes ou rectilignes. En second lieu, il y a le plan de masse, bien que situé à une distance de $500\text{ }\mu\text{m}$ celui-ci influence la distribution du flux magnétique dans la ligne. Les zones situées au-dessus d'une partie du plan de masse dans l'état Meissner perçoivent un

champ magnétique moins important, la pénétration des lignes de flux est donc moins importante. L'interaction entre le plan de masse et la ligne micro-ruban engendre ici une figure de pénétration symétrique par rapport à l'axe passant par la fente du résonateur et définit la situation idéale : sans défaut.

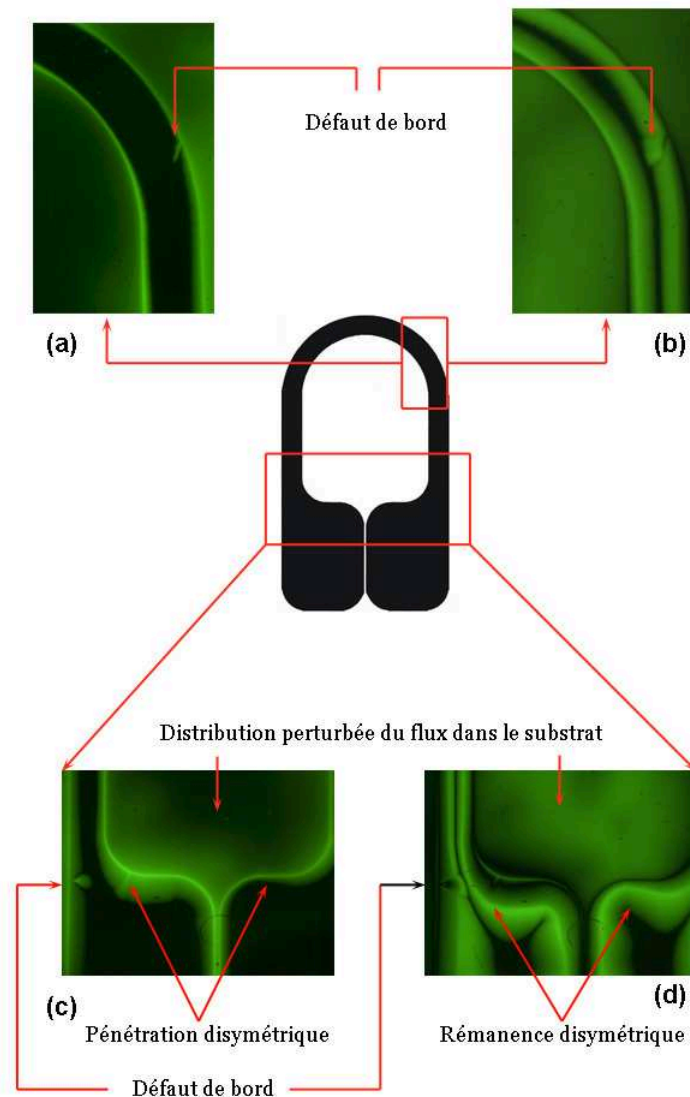


FIGURE 5.15 – Images magnéto-optique d'un résonateur supraconducteur 1 GHz arrondi présentant des défauts. (a) et (c), ces images ont été obtenues après avoir refroidi le résonateur à une température de 60 K sans champ magnétique puis soumis à un champ magnétique statique de 150 G perpendiculaire à la surface de l'échantillon. (b) et (d) illustrent l'état rémanent résultant de l'application d'un champ magnétique de 400 G perpendiculaire à la surface de l'échantillon

Il s'agit, dans la Figure 5.15, du même type de structure (résonateur, plan de masse) et de couche mince que précédemment. Les images 5.15(a) et 5.20(c) correspondent à l'application de 150 Gauss DC une fois l'échantillon refroidi à 60 K. Les

images 5.15(b) et 5.15(d) illustrent l'état rémanent résultant de l'application de 400 Gauss DC ZFC à 60 K.

La présence de défauts de bord est visible à deux endroits, Ils sont situés sur le bord extérieur de la ligne et relativement peu étendus, ces derniers ont un impact limités sur la distribution du flux par rapport au cas idéal. En revanche une dissymétrie apparaît dans la partie concave inférieure gauche du résonateur. Endroit très sensible, du fait de la circulation de courant de forte intensité dans ces zones. Le défaut dans cette zone ne semble pas avoir une origine localisée comme les défauts de bord mais plutôt étendu. De plus l'intensité lumineuse sur le bord de la ligne est bien plus importante du coté gauche indiquant (voir profil d'induction) une valeur locale de champ magnétique bien supérieure.

La cause de cette dissymétrie n'est sans doute pas à un défaut la ligne elle même mais dans le plan de masse. En effet il a été constaté, lors de l'attaque chimique, quelques cas où l'acide attaquait le plan de masse, normalement protégé par un film d'or. L'écrantage du champ magnétique par le plan de masse est dégradé. La zone de la ligne se trouvant en regard perçoit une intensité de champ magnétique supérieure ce qui engendre la dissymétrie observée dans la figure de pénétration.

Ce type de dégradation est bien visible figure 5.16. Il s'agit de l'état rémanent après l'application de 350 Gauss DC ZFC dans la structure du résonateur 1 GHz 1 ère version, toujours à partir du même type de couche mince $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$. On constate sur la partie droite une absence de flux magnétique, La forme typique de pénétration dans un rectangle supraconducteur n'est pas retrouvée, la plan de masse est très dégradé.

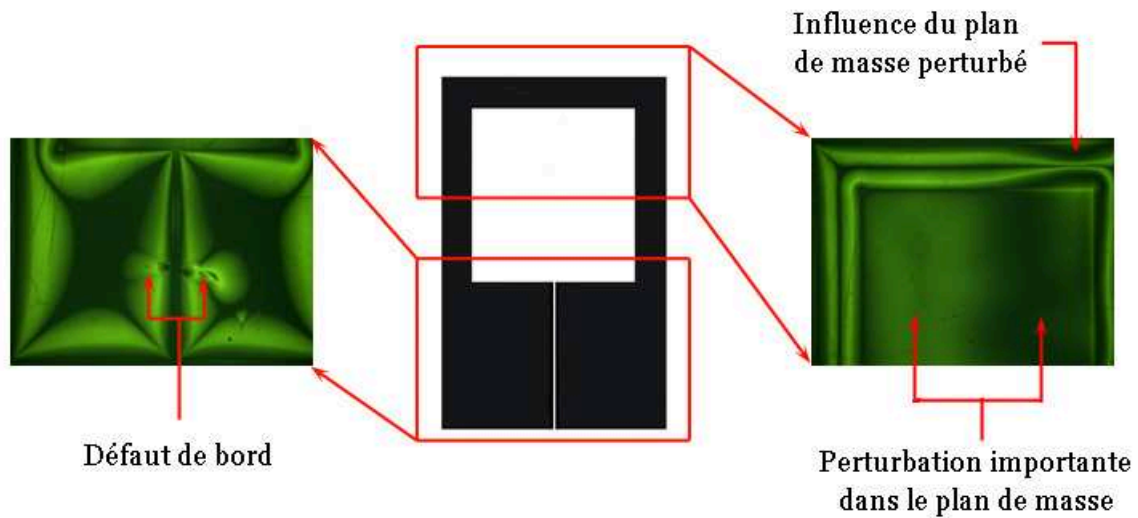


FIGURE 5.16 – Images magnéto-optique obtenues sur un résonateur supraconducteur 1 ère version présentant des défauts. Ces images illustrent l'état rémanent suite à l'application d'un champ magnétique de 350 G perpendiculaire à la surface du résonateur.

5.6.2.2 Performances des résonateurs

La Figure 5.17 compare la variation en température, dans le régime basse puissance, du Q_0 du résonateur sans défaut (Figure 5.14) avec celle du résonateur présentant des défauts (Figure 5.15). La présence de défauts entraîne, sur toute

la plage de température étudiée, une diminution de la valeur du facteur de qualité du résonateur. La Figure 5.18 illustre l'influence des défauts sur la caractéristique $Q_0(P_{rf})$ pour trois températures de la tête froide. Le facteur de qualité se dégrade beaucoup rapidement avec la puissance micro-onde lorsque des défauts sont présents dans la ligne. Ces zones endommagées présentent, à la condition quelle soient encore supraconductrices, une densité de quasi-particules importante et une valeur de densité de courant critique affaiblie, favorisant la pénétration de vortex. Les valeurs seuils $P_{rf,lim}$ des résonateurs avec et sans défauts sont rapportées dans la Figure 5.18(c) en fonction de la température de la tête froide.

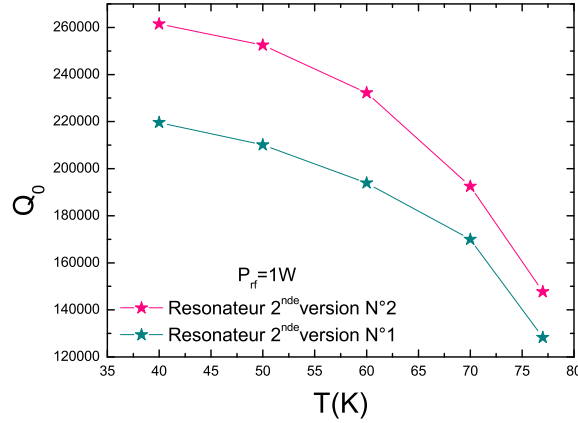


FIGURE 5.17 – Dépendance en température du facteur de qualité Q_0 en régime basse puissance des résonateurs arrondis avec (No 1) et sans défauts (No 2).

5.7 Magnéto-optique hyperfréquence

Nous avons invoqué dans le chapitre 3, la pénétration et l'oscillation de vortex comme cause possible de l'effet d'échauffement mesuré dans les films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ à forte puissance micro-onde. Le banc d'imagerie magnéto-optique é été conçu afin de pouvoir réaliser simultanément à la prise d'image MO, des mesures d'impédance de surface pour vérifier cette hypothèse.

L'antenne servant pour l'application du champ hyperfréquence est réalisée à l'aide d'un câble coaxial semi-rigide, cette fois inox. La masse thermique du porte échantillon étant moins importante dans le cas présent, l'utilisation de l'inox permet de diviser par trois l'apport de chaleur par ce dernier en comparaison d'un câble en cuivre. La principale difficulté réside dans l'agencement et le refroidissement de l'empilement indicateur-échantillon-résonateur diélectrique. L'indicateur doit obligatoirement se trouver en contact direct avec le film supraconducteur, sous peine de dégrader la résolution spatiale. Or cet emplacement est normalement occupé par le résonateur diélectrique. Il a donc fallu inverser l'empilement et procéder comme suit. Le résonateur est installé coté substrat, et l'indicateur coté film supraconducteur. Concernant le couplage hyperfréquence, cette configuration ne présente pas de désavantage majeur. En effet, de par sa faible tangente de perte, le substrat en oxyde de magnésium demeure quasi invisible au regard des pertes dans le supraconducteur. En revanche, d'un point de vue thermique il est impossible de refroidir l'empilement

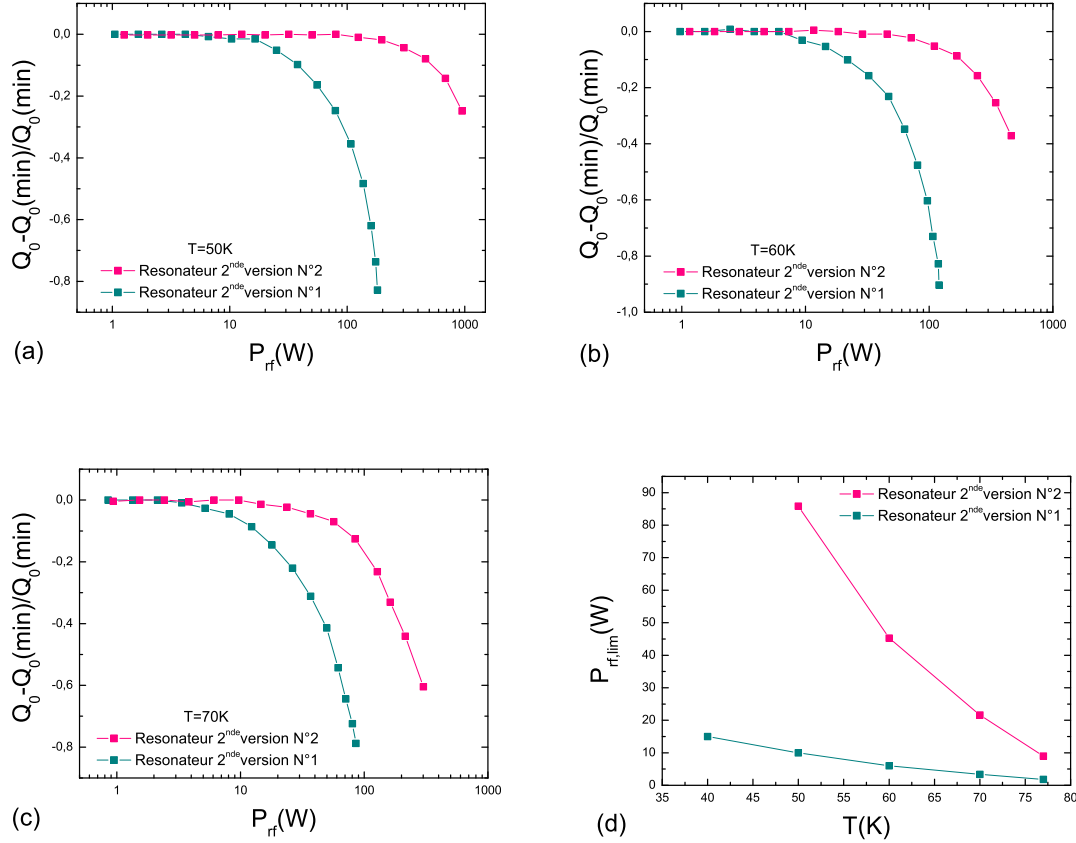


FIGURE 5.18 – Influence de la puissance micro-onde réactive sur le facteur de qualité Q_0 des résonateurs arrondis avec et sans défauts à : 50K(a), 60K(b) et 70(c). Et (d) valeurs de la puissance micro-onde seuil en fonction de la température de la tête froide pour les résonateurs arrondis avec (No 1) et sans défauts (No 2). $Q_0(\min)$ indique la valeur de Q_0 à basse puissance micro-onde

en posant le résonateur sur la base du porte échantillon, car cela engendre des pertes hyperfréquences très importantes dans le cuivre. Il faut donc refroidir par le coté opposé (coté supraconducteur) où se trouve l'indicateur magnéto-optique. Se pose alors le problème de l'accès optique, ou comment refroidir efficacement tout en observant l'échantillon. Certaines concessions sont nécessaire afin de concilier les deux aspects. Nous avons choisi de réduire la fenêtre d'observation, et d'utiliser la surface perdue pour le refroidissement, par contact thermique, de l'échantillon qui n'est plus visible dans son ensemble(Figure 5.19).

5.7.0.3 Imagerie en champ hyperfréquence seul

Les mesures d'impédance de surface dans le cryostat magnéto-optique, ont été réalisées sur l'échantillon SY211, déjà présenté dans les chapitres précédents, avec le même résonateur en rutile et en utilisant le même protocole expérimental. Malgré les contraintes imposées sur le refroidissement de l'échantillon, il semble que la thermalisation de l'ensemble film supraconducteur/substrat MgO/ résonateur TiO_2 soit correct. En effet l'apparition du pic de résonance de la cavité diélectrique, marquant la transition normal/supraconducteur, apparaît à une température affichée par le

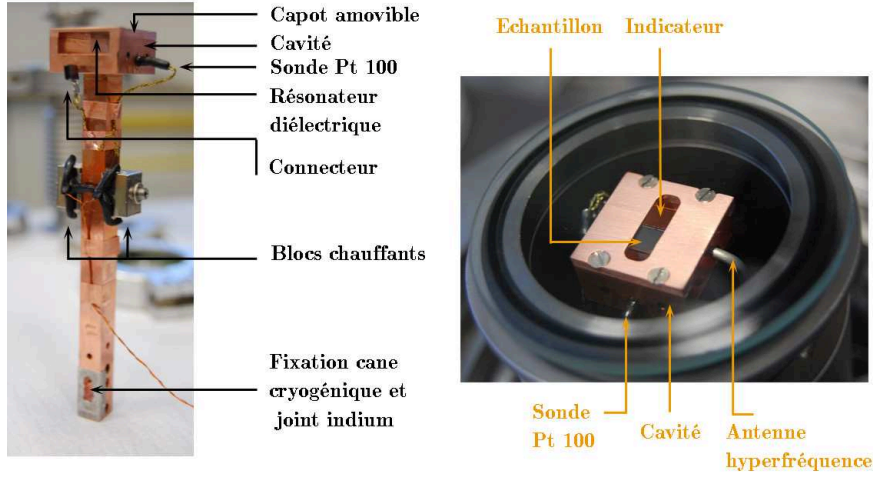


FIGURE 5.19 – (a) Porte échantillon et éléments de régulation de la température : Blocs chauffant et sonde, l'échantillon et le résonateur diélectrique sont installés à l'intérieur de la cavité. (b) Vue supérieurs, à travers l'accès optique, de la cavité. On y distingue l'antenne hyperfréquence et l'indicateur magnéto-optique posé sur l'échantillon.

contrôleur de 86 K. La différence de température entre la sonde Pt100, située à la base de la tête froide, et l'échantillon est donc d'environ de 2 K.

La Figure 5.20 présente la dépendance en puissance micro-onde de la résistance de surface (5.20(a)) et de la fréquence de résonance (5.20(b)) mesurée à 60 K dans le cryostat de magnéto-optique. Il a été difficile d'obtenir de bonne valeur de Q_0 dans

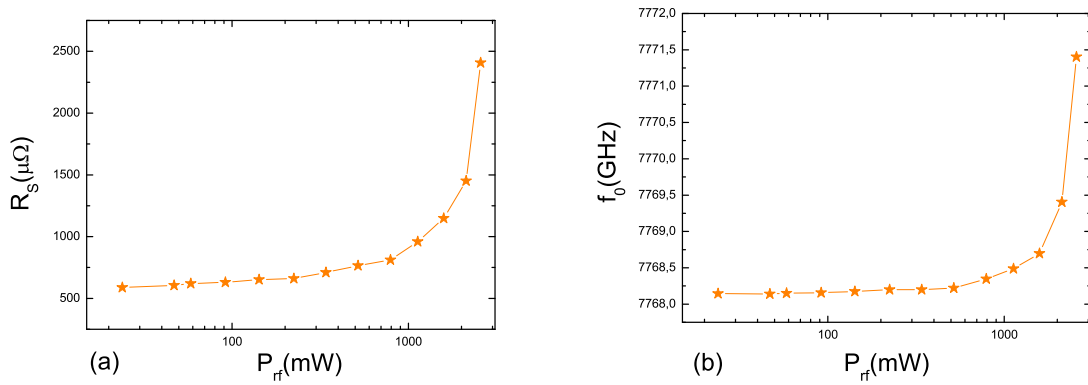


FIGURE 5.20 – (a) Résistance de surface de l'échantillon SY211 et (b) fréquence de résonance du résonateur diélectrique mesuré en fonction de la puissance micro-onde réactive à 60 K

le cryostat de magnéto-optique. A 60 K, dans le banc de mesure de Z_S présenté au chapitre 2, le résonateur TiO_2 posé sur le film SY211 présentait un facteur de qualité d'environ 60 000. Alors qu'une fois cet ensemble installé dans le banc MO, Q_0 présente une valeur réduite d'environ 10 000. Nous l'avons montré plus haut la thermalisation de l'échantillon n'est pas la cause de cette différence. Le fait que

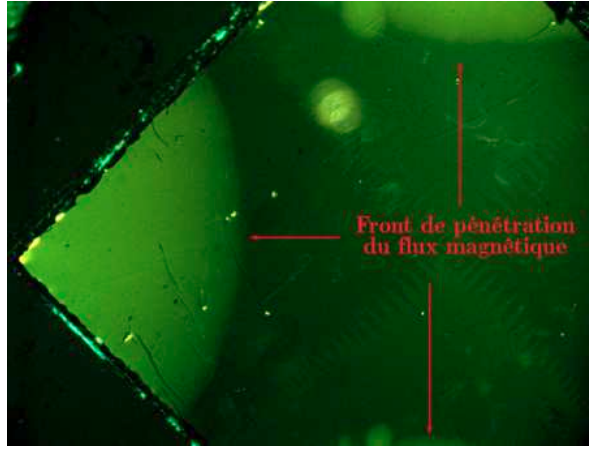


FIGURE 5.21 – Image magnéto-optique obtenue après un refroidissement sans champ magnétique à 60 K, puis par l’application d’un champ magnétique constant de 230 G perpendiculaire à la surface de l’échantillon SY211.

le substrat se trouve ici intercalé entre le film supraconducteur et le résonateur diélectrique, ne peut non plus en être la cause, car la tangente de perte du MgO est très faible. Les dimensions réduites de la cavité sont sans doute à l’origine de la faible valeur du facteur de qualité comparativement à celle obtenue dans une cavité de taille plus importante. Les parois en cuivre sont ici proches du résonateur ce qui induit des pertes supplémentaires.

Les variations de la résistance de surface et de la fréquence de résonance avec la puissance micro-onde restent cependant comparables avec celle déjà obtenue. A chaque valeur de puissance micro-onde une image magnéto-optique a été prise lors de cette série de mesure, aucune pénétration de flux magnétique dans l’échantillon n’a pu être mise en évidence.

5.7.0.4 Influence du champ magnétique hyperfréquence sur la distribution du flux magnétique continu

L’expérience précédente semble indiquer que le champ magnétique micro-onde appliqué, même à forte puissance, ne pénètre pas le film supraconducteur. La distribution des vortex induits par l’application d’un champ magnétique continu dans nos échantillons est déjà connue. Nous avons donc superposé au champ magnétique hyperfréquence un champ magnétique continu de manière à observer l’influence des radiations micro-onde sur cette distribution.

L’échantillon est refroidi à une température de 60 K sans champ magnétique appliqué (zero field cooled). Une fois la température stabilisée le courant dans l’électroaimant est ajusté de manière à obtenir un champ constant de 230 G, orienté perpendiculairement à la surface de l’échantillon. L’image obtenue est celle de la Figure 5.21. On observe une pénétration du flux typique pour cette géométrie d’échantillon, bien décrite par le modèle de Bean présenté en introduction. La valeur de 230 G est choisie afin de pouvoir suivre l’évolution du front de pénétration avec la puissance micro-onde.

L’échantillon n’est ici pas visualisé dans son ensemble, la Figure 5.22 illustre la position de l’image, prise par la caméra, par rapport aux bords de l’échantillon. Une fois le front de pénétration stabilisé, la puissance micro-onde injectée dans le résonateur est augmentée, de 0 dBm à 24 dBm, par pas de 2 dBm, le champ

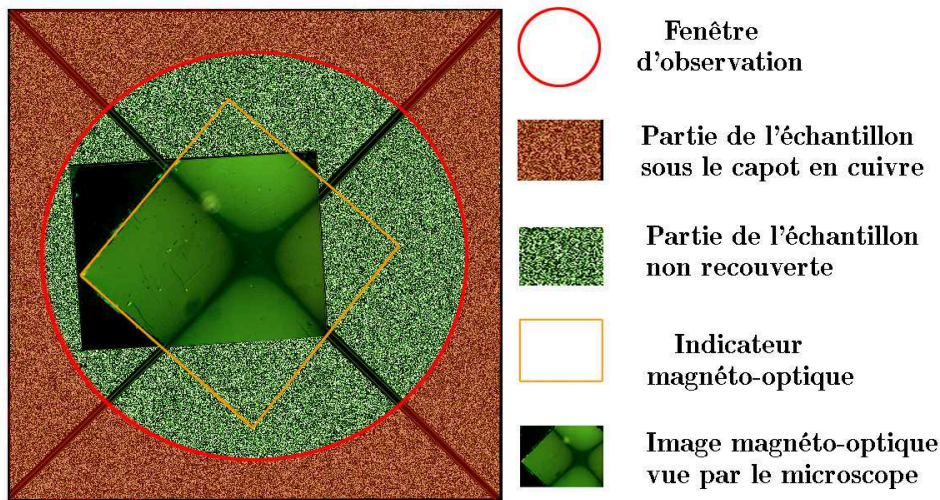


FIGURE 5.22 – Illustration de la position de l'image magnéto-optique par rapport aux bords de l'échantillon, en échelle relative. La surface de l'échantillon est matérialisée par la zone verte. Sur les bords, la partie de couleur rouge, délimite la zone recouverte par le cuivre de la tête froide qui refroidit l'échantillon par contact thermique. Le carré orange fait référence à la place qu'occupe l'indicateur magnéto-optique. Et enfin l'image, vue par le microscope.

magnétique continu est quand à lui maintenu constant. A chaque palier de puissance, la fréquence de résonance et l'image magnéto-optique correspondante sont enregistrés. L'évolution de la fréquence de résonance avec la puissance micro-onde est présentée dans le Figure 5.23. Les points indicés 1, 2, 4, 5 et 6 correspondent aux niveaux de puissance auquel les images magnéto-optiques présentées dans Figure 5.24 ont été prises.

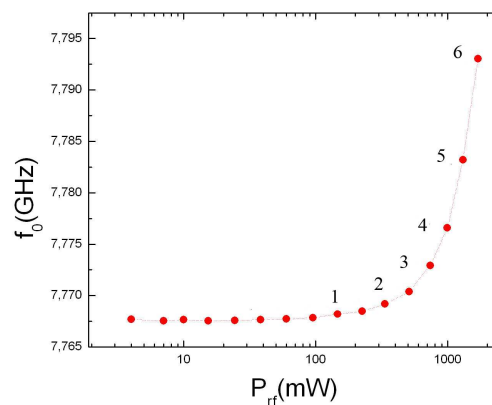


FIGURE 5.23 – Fréquence de résonance, mesuré en fonction de la puissance micro-onde, du résonateur diélectrique à 60 K sous un champ magnétique continu de 230 G.

Les images présentées dans la figure 5.24, montrent que le front de pénétration

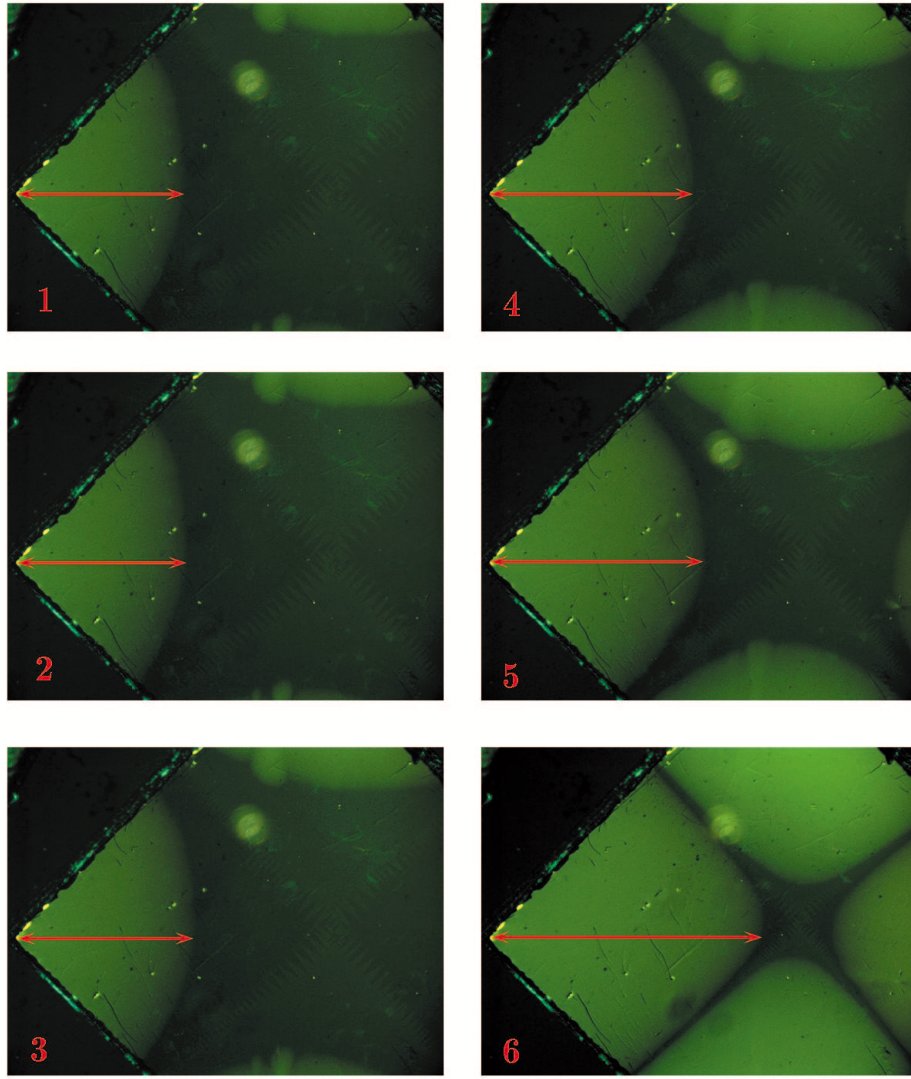


FIGURE 5.24 – Images magnéto-optique de la répartition du flux magnétique dans l'échantillon SY211 soumis à un champ magnétique de 130 G constant à 60 K. Les flèches rouge indiquent la progression du front de pénétration pour différentes valeurs de puissances micro-ondes injectée, soit : 130 mW (1), 310 mW (2) 500 mW(3), 1100 mW (4), 1400 mW (5) et 2000 mW (6).

du flux magnétique continu progresse vers le centre de l'échantillon à mesure que la puissance hyperfréquence augmente. Nous avons vu dans le chapitre précédent que l'augmentation de la température engendre un effet similaire. Par conséquent, l'hypothèse, selon laquelle la température des films minces supraconducteurs augmente avec la puissance micro-onde pourrait expliquer la progression observée du flux magnétique avec P_{rf} . Dans le but de d'illustrer, à partir d'image magnéto-optique, l'augmentation en température de l'échantillon SY211 avec la puissance micro-onde le protocole expérimental suivant é été appliqué. Dans une première mesure, la couche SY211 à été refroidie à une température de 60 K pour ensuite être soumise à un champ magnétique contant de 230 G. Une fois établit la puissance hyperfréquence à été ajustée à une valeur de 17 dBm. Il en résulte une variation de la fréquence de résonance de 33, 245 MHz, l'image magnéto-optique correspondante est celle de la figure 5.25(a). Dans une seconde mesure, après avoir été réchauffé

au dessus de sa température critique, l'échantillon est de nouveau refroidi à 60 K, puis soumis à un champ magnétique continu de 230 G. A ce stade la puissance micron-onde injectée demeure faible : -10 dBm et constante. C'est maintenant la température de la tête froide qui varie. Le but est de l'ajuster de manière à faire varier la fréquence de résonance 33,245 MHz.

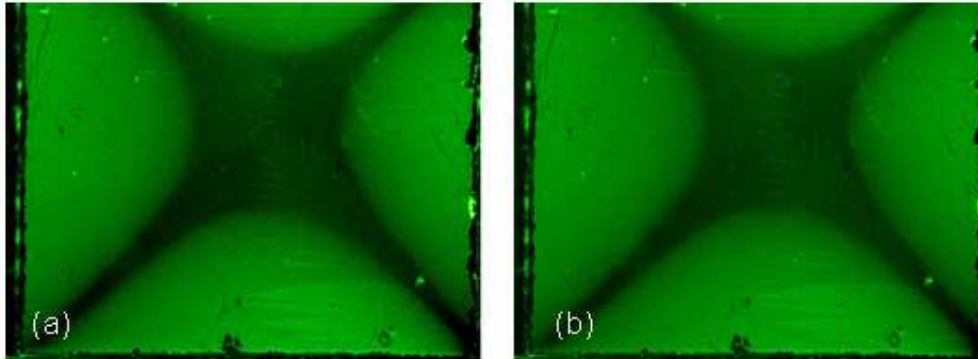


FIGURE 5.25 – Images magnéto-optique obtenue sur l'échantillon SY211 après (a) un refroidissement à 60 K, puis soumis à l'application d'un champ magnétique continu de 230 G perpendiculaire à sa surface, et enfin soumis une puissance micro-onde de 17 dBm. Et (b) après un refroidissement à 60 K, puis soumis à l'application d'un champ magnétique continu de 230 G perpendiculaire à sa surface, et suivit d'une augmentation de la température, en régime basse puissance hyperfréquence, induisant un décalage de f_0 égal à celui engendré par la puissance micro-onde

Cet ajustement en température doit se faire très lentement pour ne pas dépasser l'écart de fréquence de 33,245 MHz. Une fois la température, donc la fréquence, stabilisée une image magnéto-optique est enregistrée, présentée dans la Figure 5.25(b). Les deux images se superposent parfaitement. L'augmentation de la puissance micro-onde à température fixe, et l'augmentation de la température à basse puissance micro-onde fixe ont exactement la même influence sur l'avancée du front de pénétration du flux magnétique dans les couches minces supraconductrices. Ce résultat prouve définitivement que la puissance micro-onde induit un effet d'échauffement dans nos échantillons supraconducteurs.

5.8 Conclusions

Afin de visualiser directement de la répartition des lignes de flux magnétiques dans les échantillons et dispositifs supraconducteurs, nous avons développé spécialement un banc d'imagerie Magnéto-optique. Son installation à été effectué au sein du Laboratoire de Solides Irradiés de l'École Polytechnique. La particularité de ce dispositif expérimental est de pouvoir réaliser des mesures de résistance de surface par la méthode du résonateur diélectrique, simultanément à la prise d'images magnéto-optique. Cette technique nous a tout d'abord permis de compléter la caractérisation des échantillons supraconducteurs en mesurant la dépendance en température de leur densité de courant critique. L'imagerie magnéto-optique s'est ensuite avérée essentielle pour le contrôle de la qualité des résonateurs supraconducteurs. En effet, la présence de défauts dans les structure supraconductrices se manifeste par une pénétration accrue de flux magnétique, directement observable par cette technique expérimentale.

La pénétration et la mise en oscillation des vortex micro-onde dans les films et les dispositifs supraconducteurs est un phénomène susceptible d'engendrer l'élévation en température de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ en régime forte puissance. L'imagerie magnéto-optique réalisée sur le film *SY211* lors de l'application d'une forte intensité hyperfréquence ne nous a pas permis de mettre en évidence cette hypothèse. En revanche, lors de la superposition d'un champ magnétique statique au champ hyperfréquence nous avons pu fournir une preuve visuelle de la conclusion du Chapitre 3. Nos images montrent en effet que l'application d'une forte puissance micro-onde induit qualitativement et quantitativement une pénétration de vortex continus équivalente à une augmentation de la température sans champ hyperfréquence.

Chapitre 6

Conclusions générales et perspectives

La réponse électrodynamique aux ondes hyperfréquences du matériau supraconducteur $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, en vue de son utilisation dans des dispositifs de traitement du signal, a été étudiée par la méthode du résonateur diélectrique. Dans le but de caractériser la résistance de surface R_S de couches minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ sur une large plage de température, un important travail de conception, de montage et d'optimisation d'un banc de mesure a été réalisé.

Dans un premier temps, ce banc a permis, grâce à une stabilité en température meilleur que 1 mK, de mesurer précisément l'influence de la température et de la puissance micro-onde sur la résistance de surface de trois films minces $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ de qualités différentes. Dans le régime de forte puissance micro-onde, la résistance de surface observe une nette augmentation, ce qui traduit l'apparition de pertes énergétique importantes dans le matériau. Cette caractéristique est couramment observée par d'autres groupes menant des études similaires. Pléthore de mécanismes potentiellement responsables des phénomènes observés ont été proposés dans le passé : excitation de quasi-particules par le champ hf, pertes hystérétiques à cause du mouvement des lignes de flux quantifié, pénétration du flux magnétique hf dans les joints de grain, et, enfin chauffage local de la couche supraconductrice.

Ce travail a permis d'apporter une explication non ambiguë du comportement, a priori, non linéaire des supraconducteurs dans cette partie du spectre électromagnétique.

En utilisant la mesure in-situ de la fréquence de résonance, et, par delà la constante diélectrique d'un résonateur en TiO_2 posé sur la couche $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pour mesurer la résistance de surface, nous avons montré au delà du doute que dans la plage autour de 10 GHz, c'est l'échauffement de la couche supraconductrice par le champ électromagnétique hf, et l'augmentation en température qui s'en suit, qui est responsable pour toute non linéarité observée. Il n'y a donc pas de non linéarité intrinsèque au supraconducteur, seule la dissipation linéaire et l'effet Joule, avec la prise en compte correcte de la thermique de la couche supraconductrice, permettent de rendre compte des phénomènes.

Cette étude a ensuite été étendue aux résonateurs supraconducteurs, briques de base des dispositifs de traitement du signal hyperfréquence. Dans le cadre d'un projet de Recherche Exploratoire et Innovation (REI) en partenariat avec la Délégation Générale de l'Armement (DGA), une série de résonateurs supraconducteurs opérant à 1 GHz a été produite pour être caractérisée dans le même banc de mesure hyperfréquence. La résistance de surface du matériau $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ utilisé pour réaliser le résonateur apparaît comme un facteur de limitation de la plage d'utilisation de

ces dispositifs, à cause de son augmentation avec la puissance micro-onde. Le facteur de qualité Q_0 , inversement proportionnel à R_S , décroît fortement en régime forte puissance. Dans ce cas aussi, la dégradation des performances des dispositifs est déterminée par l'échauffement de la couche supraconductrice. A des fins de démonstration, une technique de mesure directe de l'élévation en température du résonateur avec la puissance micro-onde a été développée. Nous avons utilisé un résonateur diélectrique en TiO_2 , posé sur le résonateur en $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ pour mesurer la température locale du dernier. La résonance de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ et du TiO_2 sont mesurés simultanément à l'aide de deux analyseurs vectoriel, fonctionnant dans des plages de fréquences distinctes. Des modélisations électromagnétiques ont, de plus, permis de montrer que cet échauffement a lieu proche des coins aigus du dispositif, où la densité de flux et du courant d'écrantage sont exacerbés. Une deuxième version du résonateur $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, où les coins aigus sont éliminés au profit de coins arrondis, a permis une amélioration d'un facteur dix de la plage de puissance où le dispositif peut être utilisé. Cette amélioration a été incluse dans la réalisation d'un oscillateur local 1 GHz basé sur ce résonateur pour la DGA.

Ce phénomène d'échauffement résulte d'un phénomène sous-jacent de dissipation énergétique. A ce stade, deux hypothèses peuvent être envisagées. La première étant que l'excitation des quasi-particules par le champ hf induit directement l'élévation en température. La seconde met en avant, la pénétration et l'oscillation des lignes de flux quantifiées lorsque le courant d'écrantage dépasse le courant critique. La technique d'imagerie magnéto-optique (MO) à effet Faraday permet une visualisation directe de la pénétration du flux magnétique dans les supraconducteurs. Afin de déterminer les origines du phénomène d'échauffement, un lourd travail a été mené pour le développement et le montage d'un banc d'imagerie magnéto-optique hyperfréquence unique au monde. Le but à atteindre a été de combiner la technique de mesure de la résistance de surface par la méthode du résonateur diélectrique avec la technique d'imagerie magnéto-optique, pour déterminer si le champ magnétique hf pouvait pénétrer l'échantillon en régime forte puissance micro-onde. La mise au point de ce dispositif a été extrêmement longue et rendue difficile par les exigences, souvent opposées, des deux techniques de mesure. Nous avons cependant obtenu un banc de mesure permettant de reproduire les résultats obtenus dans le précédent cryostat et d'obtenir des images magnéto-optique de très bonne qualité. Nos expériences MO en champ magnétique hyperfréquence seul n'ont pas mis en évidence de pénétration de vortex dans le film supraconducteur en régime forte puissance. En revanche, lors de la superposition d'un champ magnétique continu et d'un champ magnétique hyperfréquence nous avons apporté une preuve visuelle de l'échauffement du matériau supraconducteur dans le régime forte puissance micro-onde.

La contribution des quasi-particules et des vortex au phénomène d'échauffement reste à établir formellement. Ne pas avoir observé la pénétration du champ magnétique hyperfréquence dans nos expériences ne nous permet pas d'écarter définitivement cette hypothèse. La sensibilité du dispositif d'imagerie magnéto-optique au champ magnétique est peut être en cause. L'installation d'un rotateur Faraday dans le microscope permettrait de réaliser les mesures en mode différentiel, ce qui permet de détecter des champs magnétiques de faible intensité. De plus il est certain que des lignes de flux magnétique quantifiées se trouvent piégées dans l'échantillon lors de son refroidissement, à cause du champ magnétique environnant. La réalisation d'un blindage magnétique efficace permettrait de s'en affranchir. Il semble que la meilleure solution soit l'installation à l'extérieur du cryostat d'un jeu de bobines de compensation du champ magnétique environnant. L'influence de la fréquence sur

la dissipation énergétique serait aussi un test sur la contribution des vortex. La manière la plus adéquate de procéder et de mesurer la caractéristique $Q_0(P_{rf})$ d'une série de résonateurs supraconducteurs de longueur différente. Enfin, la contribution des quasi-particules pourrait être testée en réalisant des résonateurs supraconducteurs orientés différemment par rapport au substrat. En effet, dans la configuration étudiée, la direction du courant dans les coins du résonateur se trouve dans celle des régions nodale du gap supraconducteur. En changeant la direction du courant, des différences devraient apparaître dans la caractéristique $Q_0(P_{rf})$ à cause de la symétrie d'appariement non conventionnelle de l' $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$.

Bibliographie

- [1] H. Kamerling Onnes, *Leiden Comm.*, **120 b**, **122 b**, **124 c** (1911).
- [2] H. Kamerling Onnes, *Nobel lecture*, (1913).
- [3] W. Meissner et R. Ochsenfeld, *Naturwissenschaften* **21**, 787 (1933).
- [4] C.J. Gorter, H.B.G. Casimir, **Phys. Z** **35**, p.963 (1934).
- [5] J. Bardeen, L.N. Cooper et J. R. Schrieffer, *Phys. Rev.* **108**, 1175 (1957).
- [6] B. D. Josephson, *Phys. Lett.* **1**, 251 (1962).
- [7] J.G. Berdnos, K.A. Muller, **Z. Phys. B** **64**, p. 189, (1986).
- [8] M.K. Wu, J.R. Ashburn, C.J. Torng, P.H. Hor, R.L. Meng, L. Gao, Z.J. Huang, Y.Q. Wang, C.W. Chu, **Phys. Rev. B** **58**, P 908, (1987).
- [9] J. Gallop, **Supercond. Sci. Technol.** **10**, p. A120, (1997).
- [10] F. London, H. London, **Proc. Roy. Soc. A** **149**, P.71, (1935).
- [11] J.R. Waldram, *Superconductivity of metals and cuprates*, Institute of Physics, London (1996).
- [12] D.R. Tilley, J. Tilley *Superfluidity and superconductivity*, Adam Hilger, New York (1990).
- [13] D.C. Mattis, J. Bardeen, **Phys. Rev.** **111**, 412-417 (1958).
- [14] M. Tinkham, *Introduction to superconductivity*, McGraw Hill, Singapore (1996).
- [15] C.J. Gorter, H.B.G. Casimir, **Physica** **1**, 305-320 (1934).
- [16] M. H  ritier, *Transition de phase   lectronique - Magn  tisme itin  rant - Supraconductivit  *, Cour du DEA de physique des solides de la r  gion parisienne, 1999-2000.
- [17] A. A. Abrikosov, *Zh. Eksperim. i Teor. Fiz.* **32**, 1442 (1957)
- [18] E. H. Brandt, *Vortice in superconductors*, **Physica C** **369**, 10 (2002).
- [19] T.P. Orlando, K. A. Delin, *Foundations of Applied Superconductivity*, Addison-Wesley (1991).
- [20] A. A. Abrikosov *On the magnetic properties of superconductors of the second group*, Soviet Physics JETP **5**, 1174 (1957).
- [21] G. Blatter, M. V. Feigel'man, V. B. Geshkenbein, A. I. Larkin, V. M. Vinokur, **Rev. Mod. Phys.** **66**, 1125 (1994).
- [22] J. Bardeen, M. J. Stephen, **Phys. Rev.** **140**, A1197 (1965).
- [23] C. P. Bean, *Magnetization of hard superconductors* **Phys. Rev. Lett.** **8**, 6, 250 (1962).

- [24] C. P. Bean *Magnetization of high field superconductors* **Rev. Mod. Phys.** **36**, 31 (1964).
- [25] E. Zeldov, J. R. Clem, M. McElfresh and M. Darwin, **Phys. Rev. B** **49**, 9802 (1994).
- [26] R. B. Hammond, D. J. Scalapino, J. R. Schrieffer, B. A. Willemsen, *HTS Wireless Filters : Past, Present and Future Performance*, **Microwave Journal** p.94 (October 1998).
- [27] M.A. Hein *Studies of high temperature superconductors* **V.18**, Nova, New York (1996) 11-216
- [28] Gallop J, 1997 *Supercond. Sci. Technol.* **10** 120
- [29] Portis A.M 'Electrodynamics of high temperature superconductors' Lecture Notes in Physics, V.48 '(World scientific, Singapore) 1993
- [30] Lancaster M.J, *Passive Microwave Device Applications of High temperature superconductors* (Cambridge University Press, 1997)
- [31] D. Kajfez, P. Guillon, *Dielectric Resonators*, Artech House, Dedham (1986).
- [32] G. Müller, *Proc. 4th Workshop on RF superconductivity*, ed. by Y. Kojima, KEK Report **89-21**, KEK, Tsukuba, Japan p, 267 (1990).
- [33] N. Klein, *Proc. 5th Workshop on RF superconductivity*, ed. by D. Proch, DESY M-92-01, Deutsches Elektronen Synchrotron, Hambourg, Germany p. 285 (1992).
- [34] A. P. Jenkins, K. S. Kale, D. Dew-Hughes, *In Studies of High-Temperature Superconductors*, ed. by A. Narlikar (Nova Science, New York) **Vol. 17, P. 179**.
- [35] Z.-Y. Shen *High Temperature Superconducting Microwave Circuit*, Artech House, Boston, London (1994).
- [36] J. D. Jackson *Classical Electrodynamics* de Gruyter, Berlin, New York (1962).
- [37] S. Ramo, J. R. Whinnery, T. VanDuzer *Fields and Wave in communication electronics* 2nd ed. Wiley, New York (1984)
- [38] R. E. Collins *Foundation for microwave engineering*, McGraw-Hill, New York (1966)
- [39] A. J. Baden-Fuller *Microwave : An introduction to microwave theory and techniques* Pergamon, Oxford (1990).
- [40] Y. Kobayashi, S. Tanaka *IEEE Trans. Microwave Theory Tech* **28**, 1077 (1980).
- [41] W. Diete, B. Asherman, H. Chaloupka, M. Jeck, T. Kamppeter, S. Kolesov, G. Müller, H. Piel, H. Schilck *Applied Superconductivity*, Inst. Phys. Conf. Ser. No 148, ed. by D. Dew-Hughes (IOP Bristol) p. 1107 (1995).
- [42] T. Kaiser, W. Diete, M. Getta, M. A. Hein, G. Müller, M. Perpeet, H. Piel *Particle Accel.* **60**, 171 (1998).
- [43] Akky Coleman A remplir
- [44] J. Mazierska, J.Z.M Liu *Journal of supraconductivity*, **16(5)**, 843-855 (2003).
- [45] P. F. Combes, *Micro-onde 1. Lignes, guides et cavités*, ed. Dunod (1996).
- [46] Agilent, *Effective Impedance Measurement*, Application note **346 3**
- [47] V. Moreau, *Contribution à la caractérisation micro-onde de films supraconducteurs à haute température critique par la méthode du résonateur coplanaire*, Thèse, Université de Paris 6 (2000).

- [48] D.Kajfez, *Q-factor, Vector fields*, Oxford, ISBN : 0-930071-06-9 (1994).
- [49] D. Kajfez, E. J. Hwan *Q-factor measurement with network analyser, IEEE Trans. Microwave Theory Tech.*, vol. **MTT-11**, 666 (1984).
- [50] M. V. Jacob, J. Mazierska, J. Krupka *Trans. Mat. Res. Sec.*, **29(4)** **1033-1036** Japan (2004).
- [51] J. Mazierska M. V. Jacob, A. R. Harring, J. Krupka, P. G. Barnwell, T. D. Sims *Journ. Europ. Cer. Soc.*, **23(4)** **2611-2615** (2003).
- [52] J. C. Mage, D. Dieumegard, AGARD Conferance proceeding, Bath, UK, Vol. 481(1990).
- [53] HFSS, three dimensional full wave electromagnetic field simulation, www.ansoft.com.
- [54] M. E. Tobar, J. Krupka, J. G. Harnett, E. N. Ivanov, R. A. Woode, IEEE International Frequency Control Symposium (1997).
- [55] D. Oates, P. P. Nguyen, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhauss, C. W. Lam, S. M. Ali, *Journal of superconductivity*, **5**, **361** (1992).
- [56] M. A. Golosovsky, H. J. Snorland, M. R. Beasly, *Phys. Rev. B* **51**, 6462 (1995).
- [57] T. B. Samoilova, *it supercond. Sci. Technol.* **8**, 259 (1995).
- [58] Z. Y. Schen, C. Wilker, *Microwave RF*, 129 (1994).
- [59] M. Hein, W. Diete, M. Getta, S. Hensen, T. Kaiser, G. Müller, H. Piel, H. Schilk, *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **7**, 1264 (1997).
- [60] A. F. Shevchum, M. R. Trunin, *Instr. and Experimental Tech*, **49(5)** p. **669-675** (2006).
- [61] S. Sridhar, W.L. Kennedy, *Rev. Sci. Instrum*, **54** p. **531** (1988).
- [62] J. Wosik, L. M. Xie, K. Nestruk, D. Li, J. H. Miller, S. A. Long, *Journal of superconductivity*, **10(2)** (1997).
- [63] E. Gaganidze, R. Heidinger, J. Halbritter, H. Schneidewind, *Physica C*, **372-376** 511-514 (2002)
- [64] E. Gaganidze, R. Schwab, J. Halbritter, R. Heidinger, R. Aidam, R. Scheinder, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **11(1)** (2001).
- [65] E. Gaganidze, J. Halbritter, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **13(2)** (2003).
- [66] J. Wosik, L-M. Xie, R. Grabovickic, *Supercond. Sci. Technol.* **22** (2009).
- [67] Lee J.H, Yang W.I, Park E.K and Lee S.Y 1997 *IEEE Trans. Appl. Supercond.* **47** 2
- [68] Wosik J, Xie L.M, Maziera and Grabovickic 1999 *Appl. Phys. Lett* **75** 12
- [69] Nguyen P.P, Oates D.E, Dresselhaus G and Dresselhaus M.S 1993 *Phys. Rev.B* **51** 10
- [70] Hein M, Kaiser T and Muller G *Phys. Rev. B* **61** 1 (2000)
- [71] Xin H, Oates D.E, Anderson A.C, Slattery R, Dresselhaus G, and Dresselhaus M.S 1999 *arXiv :cond-mat/9906044 v1*.
- [72] M. V. Jacob, J. Mazierska, D. Ledenyov, J. Krupka, *Journal of Low Temperature Physics*, **131** 647-651(2003).
- [73] M. V. Jacob, J. Mazierska, D. Ledenyov, J. Krupka, *IEEE Trans. Appl. Phys.*, **13(2)** 2909-2312 (2002).

- [74] S. Herd, D. E. Oates, J. Halbritter, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **7**, 2 (1997)
- [75] P. Lahl, R. Wördenweber, *Supercond. Sci. Technol.*, **17**, S369 (2004).
- [76] D. E. Oates, M. A. Hein, P. J. Hirst, R. G. Humphreys, G. Koren, E. Polturak, *Physica C* **372-376**, 462 (2002).
- [77] M. Golosovsky, *Part. Accel.*, **351**, 87 (1998).
- [78] T. Dahm, D. J. Scalapino, *Appl. Phys. Lett.* **69** 4248 (1996).
- [79] T. Dahm, D. J. Scalapino, *Appl. Phys. Lett.* **81** (1997).
- [80] T. L. Hylton, A. Kapitulnik, M. R. Beasley, J. P. Carini, L. Drabeck, G. Grüner, *Appl. Phys. Lett* **53** 1343 (1988).
- [81] T. L. Hylton, M. R. Beasley, *Phys. Rev. B* **39** 9042 (1989).
- [82] D. Dimos, P. Chaudhari, J. Mannhart, *Phys. Rev. B* **41** 4038 (1990).
- [83] B. Dahm, J. M. Huijbregtse, F. C. Klaasen, R. C. F. van der Geest, G. Doornbos, J. H. Rector, A. M. Testa, S. Freisem, J. C. Martinez, B. Stäuble, R. Greissen, *Nature (London)* **399** 439 (1999).
- [84] S. Sridhar *Appl. Phys. Lett* **65** 1054 (1994).
- [85] J. McDonald, J. R. Clem, D. E. Oates, *Phys. Rev. B* **55**, 11823 (1997).
- [86] M. Hein *Springer Tracts in Modern Physics* **155**, Springer-Verlag (1999).
- [87] J. Wosik, L. M. Xie, K. Nesteruk, D. Li, J. H. Miller, S. Long *Journal of Superconductivity* **10** 2 (1997).
- [88] *Supercond. Sci. Technol.* **10** 82 (1997).
- [89] A. A. Pukhov *Supercond. Sci. Technol.* **12** 102 (1997)
- [90] Y. Lemaître, M. Mercandali, B. Dessertenne, B. Marcilhac, D. Mansart, J. C. Mage *M2S-HTSC* **4** (1994).
- [91] Echantillon No. X100707, THEVA Dünnschichttechnik GmbH, 85737 Ismaning, Germany.
- [92] Echantillon No. THO01011a, THEVA Dünnschichttechnik GmbH, 85737 Ismaning, Germany.
- [93] K. Miura, O. Ono, Y. Otto, D. Matsumoto, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **15**(2), 3042-3045 (2000).
- [94] M. Lorenz, H. Hochmuth, D. Natush, H. Börner, G. Lippeld, K. Kreher, W. Schmitz, *Appl. Phys. Lett.* **68**, 3332 (1996).
- [95] S. R. Foltyn, P. N. Foltyn, P. N. Arendt, Q. X. Jia, H. Wang, J. L. MacManus-Driscoll, S. Kreiskoh, R. F. DePaula, L. Sta, J. R. Groves, P. C. Dowden *Appl. Phys. Lett.* **82** 4519 (2003).
- [96] P. Mele, K. Matsumoto, T. Horide, O. Miura, A. Ichinose, Y. Yoshida, S. Horii, *Supercond. Sci. Technol.*, **18** 44-50 (2006)
- [97] J; Marzierska, 1998 *IEEE Trans. on Appl. Supercond.* **8** 4 (1998)
- [98] C; Wilker, Z. Y; Shen, S. P. McKenna, C. F. Carter, M. S. Brenner, *Journal of superconductivity* **16** 5 (2003)
- [99] J. H. Lee, W. I. Yang, M. J. Kim, J. C. Booth, K. Leong, S. Schima, D. Rudman, S. Y. LEE, *IEEE Trans. on Appl. Supercond.* **7** (2005)
- [100] W. Diete, M. Getta, M. Hein, G. Müller, H. Piel, H. Schilck *IEEE Trans. on Appl. Supercond.* **8** 2 (1997)

- [101] H., Obara, M. Murugesan, K. Develos-Bagarinao, Y. Mawatari, H. Yamasaki, S.Kosaka, *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, **19** 7-8 (2006).
- [102] P. P. Nguyen, D. E. Oates, G. Dresselhaus and M. S. Dresselhaus, *Phys. Rev. B*, **48** 9 (1993)
- [103] E. Keskin et al. *IEEE Trans. on Appl. Supercond.*, **9** 2452 (1999)
- [104] E. Gaganidze et al. *1ME03 ASC 2000*
- [105] J. Halbritter et al. *Journal of superconductivity*, **8** 691 (1995)
- [106] J. Halbritter, K. Numssenand, E. Gaganidze, *IEEE Trans. on Appl. Supercond.*, **11** 1 (2001)
- [107] A. Gurevich et al. *Phys. Rev. B*, **48** 2857 (1993).
- [108] J. Wosik, L. M. Xie, J. H. Miller and S. Long *IEEE Trans. on Appl. Supercond.*, **7** 2 (1997).
- [109] J. Wosik, L. M. Xie, R. Grabovickic, T. Hogan and S. A. Long *IEEE Trans. on Appl. Supercond.*, **9** 2 (1999).
- [110] J. Kermorvant, C. J. van der Beek, J. C. Mage, B. Marcilhac, Y. Lemaître, J. Briatico, R. Bernard, J. Villegas, *Journal of Applied Physics*, **106** 023912 (2009).
- [111] T. Dasgupta, J. S. Derov, S. Sridhar, *Journal of Applied Physics*, **90** 6 2915 (2001).
- [112] C. Song, T. W. Heitman, M. P. DeFeo, K. Yu, R. McDermott, M. Neeley, J. M. Martinis, B. L. T. Plourde *Phys. Rev. Lett.* **95**, 210503 (2009).
- [113] D. E. Oates, S. H. Park, D. Agassi, G. Koren, K. Irgmaier, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **15**(2) (2005).
- [114] D. E. Oates, D. Agassi, E. Wong, A. Leese de Escobar, K. Irgmaier, *Phys. Rev. B*, **77**, 214521 (2008).
- [115] K. T. Kenneth, J. C. Booth, J. H. Claassen, *Journ. Supercond. and Novel Mag.*, **19** 7-8 (2007).
- [116] R. Wördenweber, P. Lahl, J. Einfeld, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **11** 1 (2001).
- [117]
- [118] W. Chang, *IEEE Trans. Magnetism*, **17**, pp. 764-766 (1981)
- [119] J. Joss, J. Albrecht, H. Kuhn, S. Leonardt, H. Kronmüller, *Rep. Prop. Phys.*, **65** 651-788 (2002).
- [120] Ch. Joss, R. Warthmann, A. Forlk, H. Kromüller, *Physica C*, **299** 215-230 (1997).
- [121] P. E. Goa, H. Hauglin, F. Olsen, M. Baziljevich, T. H. Joansen, *Rev. Sci. Instr.*, **74** 1 (2003).
- [122] R. J. Wijngaarden, R. Surdeanu, R. Griessen, A. A. Menovsky, J. Fendrich, W. -K. Kwok, *Physica C* **282-287** 2291-2292 (1997).
- [123] Ch. Joss, V. Born, *Phys. Rev. B*, **73**, 094508 (2006).
- [124] C. J. van der Beek, M. Konczykowski, A. Abal'oshev, I. Abal'osheva, P. Gierlowski, S. J. Lewandowski, M. V. Indenbom, S. Barbanera, *Phys. Rev. B*, **66**, 024523 (2002).
- [125] S. Flament, Warsito, C. Cordier, L. Méchin, D. Bloyet, *IEEE Trans. Appl. Supercond.*, **11** 1 (2001).

- [126] J. P. Castéra, *Effets et matériaux magnéto optiques : Techniques de l'ingénieur*, **(E1)** 960
- [127] *On the origin of magneto-optic rotation*, Nature **59**, 597 (1899).
- [128] P.B. Ahlers, *Phys. Res.*, **105**, 104-108 (1957).
- [129] H. Kirchner, *Phys. Rev. A* **A30**, 437-438 (1969).
- [130] A. A. Polyanski, V. K. Vlasko-Vlasov, M. W Indenbom, V. I. Nikitenko, *Sov. Tech. Phys. Lett.*, **15**, 878 (1989).
- [131] L. E. Helseth, R. W. Hanse, E. Il'yoshenko, M. Baziljevich, T. H Janhansen, *Phys. Rev. B*, **64**, 174406, (2001).
- [132] E. H. Brandt, M. V. Indenbom, A. Forkl, *Europhys. Lett.*, **22**, 735 (1993).
- [133] C. H. Joss, A. Forkl, R. Warthmann, H. -U. Habermeier, B. Leibold, H. Kronmüller, *Physica C*, **266**, 235 (1996).